

ICS 71.040.50  
CCS G04

T/CSAE xx-20xx

# 团 标 准

## 固体电解质比表面积测定 气体吸附 BET 法

Determination of specific surface area of solid electrolyte—Gas adsorption using the BET method

(征求意见稿)

在提交反馈意见时,请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国汽车工程学会 发 布



## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 术语、定义与符号 .....	1
术语和定义 .....	1
符号 .....	1
3 仪器和试剂 .....	1
2.1 仪器设备 .....	1
2.2 试剂或材料 .....	1
3.1 环境条件 .....	1
3.2 5 比表面积测试 .....	2
取样 .....	2
5.1 测试过程 .....	2
5.2 静态容量法测试 .....	2
5.3 动态色谱法测试 .....	2
6 结果处理 .....	2
6.1 数据处理 .....	3
6.2 数据有效性判断 .....	3
7 试验报告 .....	3
参 考 文 献 .....	4

## 前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由电动汽车产业技术创新战略联盟提出。

本文件由中国汽车工程学会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 固体电解质比表面积测定 气体吸附 BET 法

## 1 范围

本文件描述了一种测定固体电解质比表面积的的测试过程、结果处理与试验报告。

本文件适用于用气体吸附BET法进行固体电解质比表面积的测定，尤其是环境敏感型固体电解质比表面积的测定。

## 2 术语、定义与符号

### 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

2.1.1

#### 惰性环境 inert atmosphere

氧含量 ( $O_2$ ) 不高于 0.1 ppm、水含量 ( $H_2O$ ) 不高于 0.1 ppm 的封闭操作空间。

### 符号

2.2

下列符号适用于本文件。

$R^2$ ：比表面积测试结果线性回归系数。

$C$ ：比表面积测试吸附常数。

## 3 仪器和试剂

### 仪器设备

3.1.1 比表面积测试仪：具备多点 BET 比表面积测试功能，全自动比表面积测试仪通常包含脱气站与冷却浴容器，通常用于容量法测试；

3.1.2 气相色谱仪：配备导热检测器，用于气相色谱法测试；

3.2 3.1.3 惰性气体手套箱： $H_2O$  不高于 0.1 ppm,  $O_2$  不高于 0.1 ppm;

3.1.4 分析天平：量程不低于 2 g, 精度 0.0001 g (0.1 mg), 置于手套箱内或干燥间；

3.1.5 筛网：不锈钢材质，孔径根据样品粒径选择（如 100 目、200 目）。

### 试剂或材料

3.2.1 吸附质气体：高纯氮气 ( $N_2$ , 纯度不低于 99.999%) 或高纯氩气 ( $Ar$ , 纯度不低于 99.999%)。

3.2.2 体积校正气体：高纯氦气 ( $He$ , 纯度不低于 99.999%), 用于体积校正。

3.2.3 冷却剂：通常选用液氮（沸点 77.36 K）或液氩（沸点 87.27 K），根据吸附质选择。

## 4 环境条件

除另有规定外，各项试验应在下列条件下进行：

- a) 试验室环境温度: 22 °C ± 5 °C;
- b) 所有涉及样品暴露的操作(称量、装管、封口、转移)应在惰性环境中完成;
- c) 比表面仪主机及脱气站宜置于干燥洁净室(露点宜不高于-40 °C)或相对湿度不高于40%的干燥清洁的测试间内;
- d) 液氮补充应及时,防止挥发导致温度波动。

## 5 比表面积测试

### 取样

#### 5.1.1 取样环境

5.1 取样应在满足惰性环境的手套箱内或露点不高于-40 °C的洁净间(根据样品特性选取合适环境)内进行。

#### 5.1.2 取样步骤

5.2 取样应确保均匀,若样品存在团聚,可在手套箱内使用合适筛网轻柔过筛,避免机械破碎改变原始颗粒形貌。取样前对样品管进行称重,质量宜精确到0.0001 g。取样量宜介于样品球泡管容积的三分之一至三分之二。将样品缓慢装入预称重的样品管底部,避免扬散。进行称重,计算出样品质量。将样品管密封,备用。

### 5.2 测试过程

#### 5.2.1 脱气

5.3 将样品管安装至脱气站,抽真空至不高于10 Pa。根据供应商提供的脱气时间与脱气温度进行设定,也可参考表1进行。

表1 硫化物与卤化物脱气设定参考

电解质类型	脱气温度(°C)	脱气时间(h)
硫化物	60~120	≥2
卤化物	60~100	≥2

脱气结束后,在真空状态下冷却至室温,并进行保护气体充填。

### 静态容量法测试

5.4 将脱气完成的样品管转移至分析站,插入装有冷却介质的杜瓦罐中,确保浸没深度一致。宜用高纯N<sub>2</sub>或Ar作为吸附质,He作为体积校正气体行体积校正。至少采集5个吸附点,记录下各压力点下的吸附量。测试完毕后,样品管会自动填充一定量的氮气,确保管内压力与大气压相近并让样品管升温至室温。测试完的样品宜回收至专门器皿内。

### 动态色谱法测试

将脱气完成的样品管转移至分析站,插入装有冷却介质的杜瓦罐中,将吸附气体与载气以一定比例混合后通过样品管或色谱柱,推荐使用高纯N<sub>2</sub>或Ar作为吸附质,He作为载气。通过吸附气体的减少产生吸附峰,移开冷却介质后由于气体脱附产生脱附峰,通过热传导检测器检测气体的色谱峰,计算出气体吸附量。测试完的样品应该倒到专门的回收器皿内。

## 6 结果处理

## 数据处理

根据被吸附气体的量与相对压力值依据参考文献[1]中公式(1)计算该点的比表面积,采用多点法测试时可选择多个不同相对压力值条件下进行吸附,根据线性回归进行拟合得出多点法的比表面积值,通常建议选择不低于5个测试点。

建议至少测量两个平行样,平行样的比表面积测量值误差不宜超过5%。

### 6.1 数据有效性判断

比表面积测定结果的有效性应同时满足以下条件:

- a) 线性回归的相关系数 $R^2$ 不低于 0.999;
- b) 吸附常数C的取值应在 10 ~ 300 范围内;
- c) 拟合所用的相对压力区间应位于 0.05~0.30 之间,且该区间内至少包含5个有效吸附数据点。

若上述任一条件未满足,该次测试结果视为无效,应检查样品脱气条件、仪器状态及测试参数,并重新进行测定。

## 7 试验报告

试验报告应至少包含以下内容:

- a) 标准编号;
- b) 样品信息:名称、批号、来源;
- c) 取样方法与预处理(如过筛);
- d) 仪器型号与吸附质种类;
- e) 样品质量、脱气温度与时间;
- f) 测试点数、BET 拟合图;
- g) 比表面积测定结果(注明平行样数量及平均值);
- i) 试验日期、地点及操作人员。

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 19587-2017 气体吸附BET法测定固态物质比表面积