



中华人民共和国工业和信息化部
有色金属计量技术规范

JJF（有色金属）001—20XX

气体吸附法比表面积分析仪校准规范
(讨论稿)

Calibration Specification for Gas adsorption specific
surface area analyzer

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

删除[保玲]: <sp>

气体吸附法比表面积分析 仪校准规范

Calibration Specification for Gas
adsorption specific
surface area analyzer

JJF（有色金属）001—20xx

归口单位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：厦门厦钨新能源材料股份有限公司

参加起草单位：

本规范主要起草人：

目录

引 言.....	II	删除[保玲]: I
1 范围.....	1	
2 引用文件.....	1	
3 概述.....	1	
4 计量特性.....	3	
4.1 示值相对误差.....	3	
4.2 示值重复性相对差.....	3	删除[保玲]: 错误！未定义书签。
5 校准条件.....	3	
5.1 环境条件.....	3	
5.2 校准项目和测量标准.....	3	
6 校准项目和校准方法.....	3	
6.1 校准项目.....	3	
6.2 校准方法.....	3	
7 校准结果表达.....	5	
8 复校时间间隔.....	6	
附录 A 有证标准物质.....	7	
附录 B 气体吸附法比表面积分析仪校准校准记录参考格式.....	8	
附录 C 气体吸附法比表面积分析仪校准校准证书参考格式.....	9	
附录 D 气体吸附法比表面积分析仪示值误差测量不确定度评定示例.....	10	删除[保玲]: 附录 A 气体吸附法比表面积分析仪校准规范 校准记录参考格式 7 附录 B 气体吸附法比表面积分析仪校准证书内页参考格式 9 附录 C 气体吸附法比表面积分析仪示值误差的测量不确定 度评定示例 11
		删除[保玲]:
		删除[保玲]:

I
I

引 言

JJF 1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和JJF 1059. 1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑校准规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范参考了 [JJF-2135-2024《物理吸附仪校准规范》](#)、GB/T 13390-2008 《金属粉末比表面积的测定 氮吸附法》、~~GB/T 19587-2017 《气体吸附法 BET 比表面积的测定》~~的技术内容。

删除[保玲]: JJF-2135-2024《物理吸附仪校准规范》、

删除[保玲]: _

本规范为首次发布。

气体吸附法比表面积分析仪校准规范

删除[保玲]:

1 范围

本规范适用于0.01m²/g以上气体吸附法比表面积分析仪（以下简称比表面积分析仪）比表面积的校准。

删除[保玲]: ~无上限范围的

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF1001《通用计量术语及定义》

JJF1059.1《测量不确定度评定与表示》

JJF1071《国家计量校准规范编写规则》

JJF2135《物理吸附仪校准规范》

GB/T 13390《金属粉末比表面积的测定 氮吸附法》

GB/T 19587《气体吸附法 BET 比表面积的测定》

删除[保玲]: _

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

比表面积分析仪的原理是当脱气处理后的试样放在气体体系(通常是惰性气体如氮气或氩气)中时，在恒温温度下（通常为液氮77K或者液氩87K）下其物质表面将发生物理吸附。当吸附达到平衡时，通过测量不同压力下吸附平衡后的压力P和对应的吸附量V，根据BET方程式（1）计算试样单层吸附体积V_m,再由式（2）或（3）求出试样的总面积或者比表面积。

删除[保玲]: 首先得到吸附（或者脱附）等温线。然后

删除[保玲]: 吸附量

$$\frac{P/P_0}{V(1-P/P_0)} = \frac{C-1}{V_m \cdot C} \cdot \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m \cdot C} \tag{1}$$

式中：P—氮气分压；（以氮气为例）

P₀— 液氮温度下氮气的饱和蒸气压。

V — 样品表面氮气的实际吸附量。

V_m—单层吸附体积。

删除[保玲]: 氮气

删除[保玲]: 饱和

C — 与样品吸附能力相关的常数。

删除[保玲]: 量

$$S_w = \frac{4.35 \cdot V_m}{m}$$

(2)

式中：S_w—质量比表面积，m²/g；

m — 样品质量，g。

$$S_V = S_w \cdot \rho$$

(3)

式中：S_v—体积比表面积，m²/cm³；

ρ — 样品材料有效密度，g/cm³；

比表面积分析仪是测试粉末材料比表面积的试验仪器。根据仪器装置的不同，主要分为容量法测定仪和气相色谱法测定仪。示意图如下图1、图2所示。

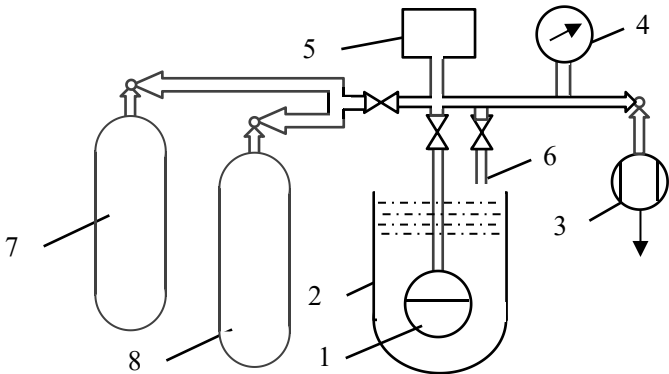


图1 容量法比表面测定仪示意图

1—样品；2—盛有液氮的杜瓦瓶；3—真空系统；4—压力计；5—气体量管；6—饱和压力管
；7—饱和压力管；8—测量死空间体积气体（如氦气）；

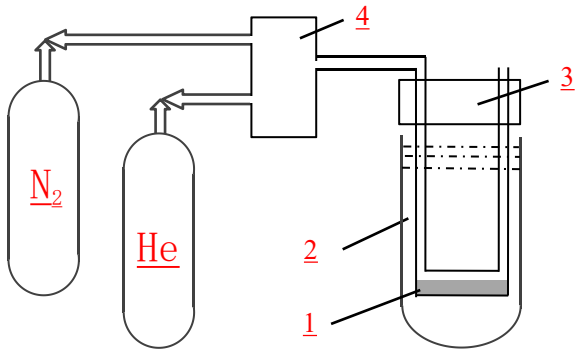


图2 气相色谱法比表面测定仪示意图

1—样品；2—盛有液氮的杜瓦瓶；3—热导率探测器；4—气体混合器

设置格式[保玲]: 字体: (默认) Times New Roman, 非倾斜

设置格式[保玲]: 缩进: 左侧: 0 毫米, 左 0 字符, 首行缩进: 7.04 字符

设置格式[保玲]: 字体: 倾斜

设置格式[保玲]: 字体: 非倾斜

设置格式[保玲]: 字体: 非倾斜, 上标

设置格式[保玲]: 字体: (默认) Times New Roman, 非倾斜

设置格式[保玲]: 字体: (默认) Times New Roman, 倾斜

删除[保玲]: 。

删除[保玲]: 连续流动

删除[保玲]: <sp>

删除[保玲]:

删除[保玲]: 连续流动

删除[保玲]: 氦气瓶；2—氮气瓶；3—稳压阀；4—稳流阀；5—浮子流量计；6—混气缸；7—冷阱；8—恒温管；9—热导池；10—六通阀；11—标准体积管；12—试样管；13—杜瓦瓶；14—皂泡流量计；

设置格式[保玲]: 缩进: 左侧: 0 毫米, 首行缩进: 0 毫米, 无项目符号或编号

4 计量特性

- 4.1 示值相对误差±5%
- 4.2 示值重复性相对误差±2%

5 校准条件

5.1 环境条件

试验机应在（10~30）℃、相对湿度不大于80%的条件下校准。校准环境周围无腐蚀性介质，附近无影响实验结果的振源。

5.2 校准项目和测量标准

采用满足溯源技术要求的、由国家计量行政部门批准的有证比表面积标准物质，应按使用需求的量程范围选择1~3种标准物质，校准项目和测量标准见表1，标准物质选择参考附录A有证标准物质。

表1 校准项目和测量标准

校准项目	测量标准	技术指标
示值相对误差	比表面积标准物质	一级、二级
示值重复性相对误差	比表面积标准物质	

带格式表格[保玲]

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

校准项目见表2。

表2 校准项目和测量标准

序号	校准项目	说明
1	示值相对误差	—
2	示值重复性相对误差	—

删除[保玲]: 1

6.2 校准方法

6.2.1 通用技术要求

- 6.2.1.1 被校仪器应有完整的下列标识：仪器名称、型号、出厂编号、制造厂商、制造日期等。
- 6.2.1.2 被校仪器开机各系统功能正常、气瓶压力显示正常，气路和各连接处不应有漏气现象，气体纯度和出口压力均应该满足设备要求。优先使用厂商标样对仪器基本状态进行确认。如有必要，应该按照厂商的要求对仪器温度传感器，压力传感器和歧管体积、仪器真空度、漏率等进行校准。

6.2.2 校准前处理

6.2.2.1 容量法测定仪

用精度等级为I级、分辨率为0.1mg的电子天平称取一定量的标准物质或按标准物质证书中要求的取样量于容量法盛样器中，清理加样后粘连在盛样器管壁上的样品。装完样品后装入**填充棒**（盛样器如图3），记录样品管空管重量和加样后重量，按照标准物质证书中的前处理要求，在真空度为1.33Pa~1.33×10⁻²Pa下进行**加热**处理，脱气完成后缓慢冷却至室温，并记录脱气后样品管的重量。

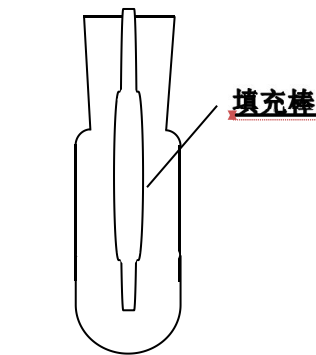


图3 容量法盛样器

删除[保玲]: 芯子

删除[保玲]: *

删除[陈婷]: 脱气

删除[保玲]: 脱气

删除[保玲]: **芯子**

设置格式[保玲]: 字体: 非加粗, 字体颜色: 自动设置

6.2.2.2 连续流动色谱法测定仪

用精度等级为I级、分辨率为0.1mg的电子天平称取一定量的标准物质或按标准物质证书中要求的取样量于色谱法盛样器中（盛样器如图4），清理加样后粘连在样品管管壁上的样品。记录样品管空管重量和加样后重量，按照标准物质证书中的前处理要求，在流动的惰性气体中进行**吹扫加热**处理。脱气完成后缓慢冷却至室温，并记录**处理**后样品管的重量。

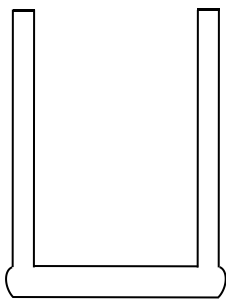


图4 色谱法盛样器

删除[陈婷]: 冲洗脱气

删除[陈婷]: 脱气

注:

- 1、脱气时使用程序升温方法进行加热,加热速率不超过10℃/min, 避免快速升温对标样造成破坏。
- 2、若标准物质证书中未标注最小取样量时, 采用容量法时, 称取试样量应使其**总表**面积在5m²~50m²范围内。采用连续流动色谱法时, 称取试样量应使其**总**表面积在0.5m²~200m²范围内。

删除[保玲]: 总比表

删除[保玲]: 比

6.2.3 校准点选择

在使用需求的量程范围内，选择相应的校准点或根据客户要求选择校准点。

6.2.4 示值相对误差

确认仪器工作状态正常后，将脱气后的标准物质样品管安装在仪器分析口上，开启仪器测试按钮在相同的条件下测量3次，计算每个校准点3次测量的算术平均值，示值相对误差计算按公式（4）计算。

$$\Delta V_i = \frac{V_i - V_0}{V_0} \times 100\% \tag{4}$$

式中：

ΔV_i ——比表面积示值相对误差， m^2/g ；

$\overline{V_i}$ ——比表面积*i*次测量算术平均值， m^2/g ；

V_0 ——比表面积标准物质标称值， m^2/g 。

6.2.6 示值重复性相对误差

选择一种比表面积标准物质，按相同的条件，平行取样6个，按照相同的测试条件进行测试并记录6次的测量值，示值重复性相对误差计算按公式（5）计算。

$$s = \frac{1}{\overline{V}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \overline{V})^2}{n-1}} \times 100\% \tag{5}$$

式中：

V_i —第*i*次测量值， m^2/g ；

$\overline{V}$ —6次试验测量值的平均值， m^2/g ；

n—测量次数；

注：

（以下适用于静态容量法）：

1、连续测试时，尽量确保每次测试前杜瓦中液氮液位基本保持一致，且样品管完全恢复至室温后再进行下一次测试。所有测试都应该在较短的时间内完成。

2、测试压力点和计算压力点的选择首先遵从标准物质证书的要求，如果没有具体细则，测试和计算应该符合以下几点：

通常在相对压力0.05~0.3 之间平均取5-11个点进行测试选取所有点进行拟合。

BET方程拟合的线性优于3个9(如果拟合线性达不到要求可以适当调整计算的压力点BET方程给出)。

BET方程给出的C值需要为正。

删除[保玲]: <math>
设置格式[保玲]: 字体: （默认）Times New Roman, 倾斜
删除[保玲]: 3
删除[保玲]: 注比表面计算方法为多点法/单点法的、校准时计算方法需一致。
2、测试压力点和计算压力点的选择首先遵从标准物质证书的要求，如果没有具体细则，测试和计算应该符合以下几点：
通常在相对压力0.05~0.3 之间平均取5-11个点进行测试选取所有点进行拟合。
BET方程拟合的线性优于3个9（如果拟合线性达不到要求可以适当调整计算的压力点BET方程给出）。
BET方程给出的C值需要为正。
有微孔存在时，测试压力应该在0.008-0.15 之间平均分布7-11个点，且计算应该符合IUPAC的Rouquero1规则。

有微孔存在时，测试压力应该在0.008-0.15 之间平均分布7-11个点，且计算应该符合IUPAC的Rouquerol规则。

设置格式[保玲]: 缩进: 首行缩进: 0 字符

7 校准结果表达

经校准的气体吸附法比表面积分析仪出具校准证书，校准结果应在校准证书上反映，校准证书至少应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室的名称和地址；
- c) 实施校准活动的地点，包括客户设施、实验室固定设施以外的地点；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和联络信息；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准活动的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期和证书发布日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- i) 本次校准所用的测量标准和溯源性及有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及其测量不确定度的说明（给出整个测量范围校准结果测量不确定度的最大值）；
- l) 对校准规范偏离的说明；
- m) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识，以及签发日期；
- n) 校准人和核验人签名；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

校准原始记录参考格式见附录B，校准证书内页参考格式见附录C。

删除[保玲]: A

8 复校时间间隔

删除[保玲]: B

复校时间间隔的长短取决于其使用情况,使用单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间，建议复校时间间隔为1年。

删除[保玲]:

附录 A

有证标准物质

材料	编号	比表面积 m²/g	不确定度 $k=2$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130365	0.221	$U=0.013$
碳黑	GBW130905	8.96	$U=0.30$
碳黑	GBW130904	29.9	$U=0.70$
碳黑	GBW130903	104.6	$U=2.2$
碳黑	GBW (E) 130024	1.44	$U=0.16$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130275	1.93	$U=0.09$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130276	7.85	$U=0.19$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130277	53.1	$U=2.6$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130278	94.1	$U=4.1$
AL ₂ O ₃	GBW (E) 130279	212.5	$U=5.6$
注：不同批次数值不同，以标准物质证书为准。			

附录 B

删除[保玲]:

气体吸附法比表面积分析仪校准记录参考格式

证书编号：_____接收日期：_____校准日期：_____

发布日期：_____委托单位：_____校准依据：_____

被校设备信息						
器具名称				出厂编号		
型号/规格				设备编号		
制造厂				环境条件	℃	%RH
校准地点						
测量标准信息						
名称	标准值	编号	证书编号	溯源机构	有效期	
1、外观检查						
2、示值误差						
比表面积标准值（m²/g）	仪器测量值（m²/g）			平均值（m²/g）	示值误差（%）	扩展不确定度 $U_{rel}(k=2)(\%)$
	1	2	3			
3、重复性						
比表面积标准值（m²/g）	测试次数					
	1	2	3	4	5	6
重复性误差						
扩展不确定度：						

附录 C

气体吸附法比表面积分析仪校准证书内页参考格式

证书编号:

被校设备信息				
器具名称		出厂编号		
型号/规格		设备编号		
制造厂		环境条件	℃	%RH
校准地点				
测量标准信息				
名称	编号	证书编号	溯源机构	有效期
1、外观检查				
2、示值误差				
比表面积标准值 (m²/g)	仪器测量值 (m²/g)	示值误差 (%)	扩展不确定度 $U_{rel}(k=2)(\%)$	
3、重复性				
比表面积标准值 (m²/g)		重复性 (%)		

附录 D

气体吸附法比表面积分析仪示值误差的测量不确定度评定示例

D.1 概述

删除[保玲]: C

D.1.1 校准依据

删除[保玲]: C

本规范。

D.1.2 测量标准

删除[保玲]: C

有证标准物质：GBW（E）130278 标准值为 109.8 m2/g， $U=2.3\text{ m}^2/\text{g}$ $k=2$

D.1.3 被校对象

删除[保玲]: C

气体吸附法比表面积分析仪。

D.1.4 校准方法

删除[保玲]: C

用精度等级为I级、分辨率为0.1mg的电子天平称取一定量的标准物质或按标准物质证书中要求的取样量于容量法盛样器中，清理加样后粘连在盛样器管壁上的样品。装完样品后装入填充棒（盛样器如图3），记录样品管空管重量和加样后重量，按照标准物质证书中的前处理要求，在真空度为1.33Pa~1.33×10⁻²Pa下进行加热处理，脱气完成后缓慢冷却至室温，并记录脱气后样品管的重量。

删除[保玲]: 用精度等级I级的电子天平称取一定量的标准物质或按标准物质证书中要求的取样量于样品管中，记录样品管空管重量和取样后重量，将样品管放置真空下加热脱气，按标准物质证书中脱气要求进行脱气处理，脱气完成后缓慢冷却至室温，用电子天平称取脱气后样品管的重量。

确认仪器工作状态正常后，将脱气后的标准物质样品管安装在仪器分析口上，开启仪器测试按钮在相同的条件测量 3 次。

D.2 测量模型

气体吸附法比表面积分析仪的测量模型见公式（C.1）。

$$\Delta V_i = \bar{V} - V_0 \tag{C.1}$$

式中：

ΔV_i ——比表面积示值相对误差，m²/g；

$\bar{V}$ ——比表面积3次测量算术平均值，m²/g；

V_0 ——比表面积标准物质标称值，m²/g。

删除[保玲]: 仪器开机预热 30min 左右，将前处理后好的标准物质样品管安装在仪器分析口上，开启仪器按相同的条件

删除[保玲]: C

D.3 测量不确定度的来源分析

删除[保玲]: C

测量不确定度的来源有：

- 1) 由测量重复性引入的不确定度分量 u_1 ；
- 2) 由仪器分辨力引入的不确定度分量 u_2 。
- 3) 由标准物质引入的不确定度分量 u_3 。

D. 4 测量不确定度评定

删除[保玲]: C

D.4.1 由测量重复性引入的不确定度分量 u_1

删除[保玲]: C

使用109.8标准物质重复测量6次，测量数据见表D.1。

删除[保玲]: C

表D. 1 气体吸附法比表面积分析仪重复性测量数据

删除[保玲]: C

测量次数	1	2	3	4	5	6
测量值 (m^2/g)	105.0024	107.2911	113.1755	108.7781	110.0315	109.7095
标准偏差	$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 2.755 \text{ m}^2/\text{g}$					

实际测量以3次测量的平均值作为测量结果，则 $n=3$ ，所以由测量重复性引入的不确定度分量 u_1 为：

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{3}} = \frac{2.755}{\sqrt{3}} = 1.591 \text{ m}^2/\text{g}$$

D.4.2 由仪器分辨力引入的不确定度分量 u_2

删除[保玲]: C

实际分度值为 $r=0.0001 \text{ m}^2/\text{g}$ ，区间半宽 $a = \frac{\delta}{2} = 0.00005 \text{ m}^2/\text{g}$ ，满足均匀分布，取 $k=\sqrt{3}$ ，则由仪器分辨力引入的不确定度分量 u_2 为：

$$u_2 = \frac{s}{\sqrt{3}} = \frac{0.00005}{\sqrt{3}} = 2.9 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{g}$$

因分辨力引入的不确定度远小于重复性所引入的不确定度，分辨力所引入的不确定度忽略不计。

D.3.3 由标准物质引入的不确定度分量 u_3

删除[保玲]: C

由标准物质证书可知标准值为 $109.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 时给出的扩展不确定度为： $U=2.3 \text{ m}^2/\text{g} \quad k=2 \quad u_3$ 为：

$$u_3 = \frac{2.3}{2} = 1.15 \text{ m}^2/\text{g}$$

D. 5 合成标准不确定度计算

删除[保玲]: C

合成不确定度计算公式为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_3^2} = 1.963 \text{ m}^2/\text{g}$$

D. 6 扩展不确定度计算

删除[保玲]: C

取包含因子 $k=2$ ，在测量点为 $109.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 时，其扩展不确定度 $U = k \cdot u_c = 2 \times 1.963 =$

3.93 m²/g，相对扩展不确定度为：

$$U_{\text{rel}} = \frac{3.93}{109.8} \times 100\% = 3.9\% \quad (k=2)$$

D. 7 其它测量点该参量的不确定度评估

选取其它测量点各测量6次，按照上述方法求得相应的相对扩展不确定度。汇总后如表

D. 2

表D. 2 其它各测量点不确定度

测量点	$U_{\text{rel}} (k=2)$
0.182	7.3%
35.9	4.0%

删除[保玲]: C

删除[保玲]:

删除[保玲]: C

删除[保玲]: C