

JJF（有色金属）001—2024
气体吸附法比表面积分析仪校准规范
(编制说明)

讨论稿

2025-3

气体吸附法比表面积分析仪校准规范

编制组

主编单位：厦门厦钨新能源材料股份有限公司

一、工作简况

1.立项目的

气体吸附法比表面积分析仪是将被测样品放入气体体系（如氮气）中，样品表面在低温下将产生物理吸附，当吸附达到平衡时，测量平衡吸附压力和吸附的气体量，根据 BET 方程式求出试样单分子层吸附量，从而计算出试样的比表面积。气体吸附法比表面积分析仪是评价金属粉末、催化剂、吸附剂及其他多孔物质如石棉、矿棉、硅藻土及粘土类矿物质等的重要指标之一。

其准确与否直接影响到被测样品的比表面积真实指标情况，因此，必须定期对比表面积测定仪进行校准，以填补此类仪器设备量值溯源所依据技术文件的空白，为数据准确可靠提供计量保障，满足行业相关计量的迫切需求。

2.任务来源

根据工业和信息化部《关于印发 2024 年行业计量技术规范制修订计划的通知》（工厅科 [2024] 602 号）文的要求，行业计量技术规范《校准规范》由厦门厦钨新能源材料股份有限公司负责起草。该项目计划编号为 JJFZ（有色金属）001-2024。

（在 2024 年 1 月 10 日，第三届有色金属行业计量技术委员会暨 2023 年度年会会议上，与会专家就规范名称提出修改意见，由于不同项目的设备涉及名称相同的原因，因此修改为《气体吸附法比表面积分析仪校准规范》。）按计划要求，本计量规范应于 2026 年完成制定。

3.项目编制组单位简况

3.1 编制组成员单位

本规范的编制组单位为：厦门厦钨新能源材料股份有限公司等

3.2 主编单位简介

厦门厦钨新能源材料股份有限公司是世界钨行业领军企业-厦门钨业股份有限公司的全资子公司。公司于 2016 年 12 月 20 日将新能源材料业务从厦门钨业母公司分立，设立厦门厦钨新能源材料有限公司（以下简称“厦钨新能源”）。2021 年 8 月，厦钨新能源充分抓住科创板分拆上市的契机，正式在上海证券交易所科创板挂牌上市（股票代码：688778），成为一家上市企业。公司现拥有 9 家控股子公司和分公司、1 家参股子公司和 1 家新能源材料研究院、五大生产基地。公司产品涵盖钴酸锂、三元材料、前驱体、磷酸铁锂、高镍材料、NCA、贮氢合金等全系列新能源材料产品，其中，高电压钴酸锂、高电压三元材料、高性能磷酸铁锂、车用贮氢合金等享誉市场。产品应用于 3C 数码、车载动力、储能等领域，广泛服务于松下、三星、宁德新能源、LGC、中创新航、比亚迪、亿纬锂能、国轩高科等国内外知名电池客户。

厦钨新能源检测实验室 2024 年通过中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，现有技术人员 110 余人，检测项目涵盖：理化分析、微区分析、谱学分析和电化学性能测试四个平台，拥有完善的检

测检验设备如：粒度分析仪、比表面分析仪、振压实密度分析仪、真密度分析仪、粉体流变分析仪、碳硫分析仪、X 射线粉末衍射仪、原位 X 射线粉末衍射仪、场发射扫描电子显微镜、离子研磨仪、电化学工作站、扣电制作与测试系统、全电制作与测试系统等；校准项目涵盖：温度、力学、流量、压力等，已通过计量建标授权项目 4 项、2011 年通过 ISO10012 测量管理体系认证；参与多项国家标准、行业标准制定、起草工作。

该单位主要负责本规范的起草工作，成立编制组并根据委员会的工作安排组织编制组成员单位开展相关校准工作，组织各单位对各版《征求意见稿》进行认真的讨论，并就提出的意见和建议进行反馈和修改，在编制组中发挥了主要带头作用。

3.3 成员单位简介

安东帕（上海）商贸有限公司，主要从事气体吸附仪、真密度仪、振实密度仪、激光粒度仪、图像粒度仪流变仪、粉体流变仪、XRD、压痕仪等精密分析仪器的研究和生产，用户上海、北京、广州、成都、西安五个应用实验室，有 Autosorb 6100 高端吸附仪，Nova 800 吸附仪（BET）、UltraPYC 真密度仪、Ultratap 振实密度仪、Litesizer DIF 激光粒度仪、DLS 纳米粒度仪、DIA 图像粒度仪、MCR302e 高级流变仪/粉体流变仪等设备，可提供一定数量样品的测试服务，每个实验室都有专业的应用服务工程师和维修工程师，确保仪器符合技术性能要求。

贝士德仪器，成立于 2006 年，旗下设有贝士德分析仪器研究院与贝士德计量检测中心。为北京市“专精特新”企业，连续 13 年获得国家高新技术企业认证。获得国家发明专利 15 项，实用新型专利 62 余项。参与起草与制定 6 项国家标准及行业标准。经过 18 年的发展，已成为国际上高端吸附表征仪器研发制造领军企业。

有色金属技术经济研究院有限责任公司，成立于 1983 年 3 月，与中国有色金属工业总公司同时经国家批准建立，是中央所属 242 家转制科研院所之一，于 1999 年 7 月由国家全额拨款科研事业单位改制为科技型企业，变更为现名称。隶属于中国有色金属工业协会，获批设立了国家级博士后科研工作站，是国家级高新技术企业和北京市高新技术企业。有五个主要业务板块，分别为信息咨询、标准专利、媒体宣传、分会工作及贸易投资，是我国有色金属行业专职从事产业发展战略研究与规划、市场信息服务与咨询、标准质量研究与专利查新、行业期刊出版发行、行业会议策划与组织的综合性科技服务机构，对外又称“中国有色金属工业信息中心”和“中国有色金属工业标准计量质量研究所”。

有色金属行业计量技术委员会是有色金属技术经济研究院有限责任公司下属机构，负责有色金属行业计量技术规范制修订工作。有色计量委员会是国家市场监督管理总局统一规划，受工业和信息化部业务管理，由中国有色金属工业协会组建，从事有色金属行业计量技术及其管理工作的技术性组织，负责本行业计量技术规范的计划制定、修订、宣贯及有关政策的咨询工作。目前已发布行业规范 40 余项，在研 40 余项。

4.主要工作过程

厦门厦钨新能源材料股份有限公司于 2024 年 8 月接到有色金属行业计量技术委员会转发的下达的

制定任务后，成立了计量规范编制组，对计量技术规范编写工作进行了部署和分工，制定了本规范的制定原则及工作计划。本项目主要工作过程经过了以下几个阶段：

1) 2024年9月成立了计量规范编制组，明确了编制组成员各自的工作内容和任务。

2) 2024年10月~2025年3月，计量规范编制组成员搜集了气体吸附法比表面积分析仪相关设备收集表、技术资料、检测/校准方法、研究气体吸附法比表面积分析仪校准方法，制定气体吸附法比表面积分析仪校准方案，并进行前期基础性实验，验证试验方法可行性，确定气体吸附法比表面积分析仪技术要求、校准项目、校准方法等，针对主要技术指标进行查询，并与实验室进行技术讨论，最终确认了校准项目的测量范围和误差范围，最终形成《气体吸附法比表面积分析仪校准规范 - 讨论稿》。

二、编制原则和依据

（一）编制原则

本规范是以 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范引用了 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。提出了对气体吸附法比表面分析仪计量特性，制定了基本原则和编制依据，解决了目前没有气体吸附法比表面分析仪校准用校准方法的难题。

（二）确定主要内容

1 范围

本规范适用于气体吸附法比表面积分析仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

本规范主要计量特性参数引自 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》。

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。

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

式中：P—氮气分压；（以氮气为例）

P_0 — 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。

C — 与样品吸附能力相关的常数。

$$S_w = \frac{4.35 \cdot V_m}{m} \quad (2)$$

式中： S_w — 质量比表面积， m^2/g ；

m — 样品质量，g。

$$S_V = S_w \cdot \rho \quad (3)$$

式中： S_V — 体积比表面积， m^2/cm^3 ；

ρ — 样品材料有效密度， g/cm^3 ；

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。

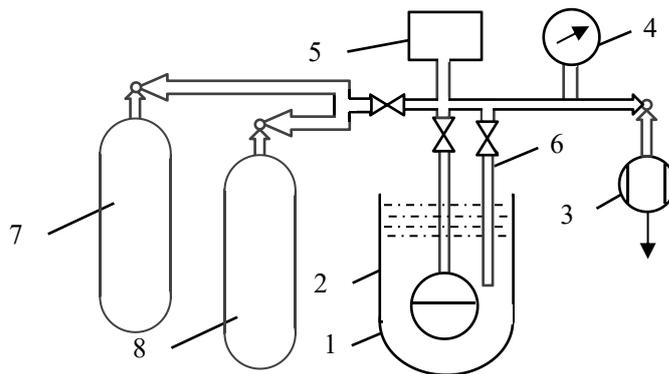


图1 容量法比表面测定仪示意图

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（如氮气）；

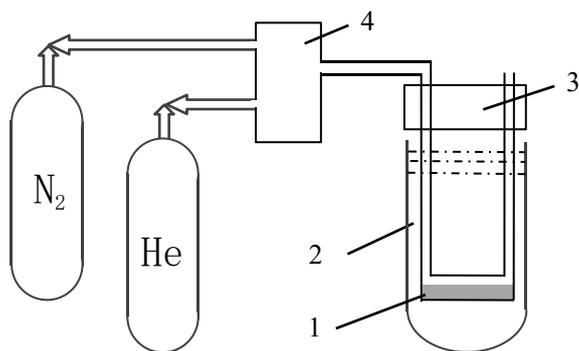


图2 气相色谱法比表面测定仪示意图
1—样品；2—盛有液氮的杜瓦瓶；3—热导率探测器；4—气体混合器

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	

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	—
---	-----------	---

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 $1.33\text{Pa} \sim 1.33 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 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。

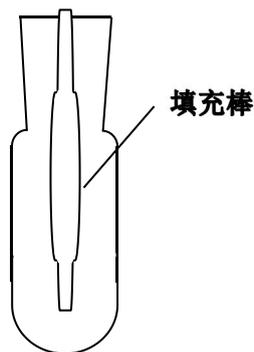


图3 容量法盛样器

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。

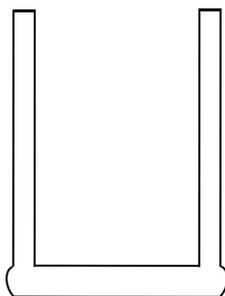


图4 色谱法盛样器

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。

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。

$$\Delta V_i = \frac{\bar{V}_i - V_0}{V_0} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

ΔV_i ——比表面积示值相对误差，m²/g；

\bar{V}_i ——比表面积*i*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。

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。

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

式中：

V_i ——第*i*次测量值，m²/g；

\bar{V} ——6次试验测量值的平均值，m²/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。

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。

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A，校准证书内页参考格式见附录B。

8 复校时间间隔

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。

9 附录

附录主要包含校准原始记录参考格式、校准证书内页参考格式、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。

三、规范水平分析

经查阅国家计量技术规范全文公开系统及行业计量技术规范等公开资料信息，各省市地方计量技术

规范其中 JJF（冀）104—2011 比表面积仪校准规范、JJF（浙）1198-2023 比表面积仪校准规范主要用于水泥比表面积测定法，JJF-2135-2024《物理吸附仪校准规范》主要用于比表面积和孔隙度的物理吸附仪校准。目前国内均无涉及关于金属粉末、电池正负极材料等固体粉末颗粒物“比表面积仪”的计量校准或检定的相关技术规范。

目前国外没有相关技术规范，本规范水平达到国内先进水平。本规范的制定填补了有色金属行业气体吸附法比表面积分析仪的校准空白，属于国内首创，水平达到国内领先。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本规范所引用的规程、规范及标准均为我国现行有效的计量规程及规范，是本规范的一部分，引用这些文件后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规程规范的关系不矛盾、不冲突，相互关系协调。

五、规范中涉及的专利或知识产权说明

无。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、规范作为国家（或行业）计量技术规范的建议

建议本规范作为行业计量技术规范，供行业企业参考使用。必要时可根据实际需要，结合其他行业使用要求，申报国家计量技术规范，以满足校准需要。

八、贯彻规范的要求和措施建议

本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，以促进我国企业的技术进步和产品质量上档次，提高我国产品在国际国内市场的竞争能力。

九、废止现行有关规范的建议

无。

十一、预期效果

本规范发布后，能解决气体吸附法比表面积分析仪校准方法不统一、校准方法差异化、计量标准技术指标不明确、校准点的选择不统一、气体吸附法比表面积分析仪的校准方法未规定等问题，弥补气体

吸附法比表面积分析仪校准的空白，为保证气体吸附法比表面积分析仪测试结果的准确可靠提供保证。

十二、其他应予说明的事项

无。

《气体吸附法比表面积分析仪校准规范》编制组
2025年3月19日