

《亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的研制》编制说明

一. 任务来源

本规范制定任务由国家市场监督管理总局于 2019 年 10 月下达全国标准物质计量技术委员会, 详见国家市场监督管理总局计量技术规范制修订计划文件 (国家市场监督管理总局司 (局) 函-计量函【2019】42 号)。

二. 编写的必要性和重要性

中国已成为当今世界纳米科学与技术进步重要的贡献者, 是世界纳米科技研发大国, 部分基础研究跃居国际领先水平。中国纳米科技应用研究与成果转化的成效也已初步显现。因此, 及时开展纳米材料标准物质的研制及规范制订, 实现与纳米材料、器件基本物性和功能特性相关的物理量的准确测量与量值传递, 对纳米科技的基础研究与应用成果转化都具有极为重要的意义。

作为纳米计量工作的重要内容, 纳米材料标准物质的研制具有显著的创新性、特殊性和重要性。纳米材料标准物质主要用于微纳测量领域设备的校准、与纳米材料功能相关特性量的传递及相关检测方法的评价, 其研制与应用具有一定领域特点。十三五计量规划中明确提出, 要加强食品安全、临床检验及新材料科学等重点领域的标准物质研究与规范建立。亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质在研制数量、研制种类、应用范围几个方面均已形成一定规模和成熟度, 其研制具有一定规律性。由于亚微米及纳米级颗粒种类繁多、应用面广, 需要依据颗粒尺寸范围、颗粒品种、应用方向等方面系统研究相关定值技术。及时建立亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制规范, 对后续相关标准物质的高质量、高效率研制具有指导意义和支撑作用, 对纳米材料的基础研究、规模化发展与规范推广, 具有重要意义。

三. 编写过程

研制单位于 2018 年通过全国标准物质计量技术委员会向国家市场监督管理总局提出了本规范的申请, 并于 2019 年 10 月得到了国家质检总局的批准, 承担了《亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的研制》的制定任务。

2019 年 10 月至今, 该规范进行了前期的文献调研, 技术讨论, 形成初稿, 后向全国近 30 位专家征求意见, 形成征求意见稿。具体工作过程如下:

1) 2019 年 10 月至 2020 年 1 月, 组建规范编制小组, 召开启动会, 展开文

献调研，并完成草案的多次讨论与初步编写。

本项目起草组进行了大量的前期文献调研工作，研究并学习了国内外相关标准物质研制的技术标准、规范和指南等，例如：

JJF1006 一级标准物质技术规范

JJF1005 标准物质常用术语和定义

ISO Guide 30 Reference materials - Selected terms and definitions

ISO Guide 31 Reference materials - Contents of certificates, labels and accompanying documentation materials

JJF1186 标准物质证书和标签要求

JJF1218 标准物质研制报告编写规则

JJF1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

以及其他行业制定的相关标准物质技术规范等。

2) 2020 年 1 月至 4 月，起草组通过通讯及会议形式，进行了多次讨论，完成草案初稿。

3) 2020 年 4 月至 6 月，向科研院所、高校、企业等近 30 位专家征求意见，并进行了征求意见汇总处理，形成了规范的征求意见稿。

4) 计划 2020 年 7 月至 10 月，由全国标准物质计量技术委员会向全国征求意见。

5) 计划 2020 年 10 月至 11 月，技术规范文本的修改、补充和完善。

6) 计划 2020 年 11 月，在全国标准物质计量技术委员会全体会议上进行本技术规范的审议，并听取与会专家意见，根据专家意见和建议，进一步修改本规范。

7) 2020 年 12 月完成本技术规范的送审稿，交审查部审核。

四．编写依据及原则

1. 编写依据

我国标准物质研制主要依据的是 JJF1006 《一级标准物质技术规范》、JJF1005 《标准物质常用术语和定义》、JJF1186 《标准物质证书和标签要求》、JJF1218 《标准物质研制报告编写规则》、JJF1342 《标准物质研制（生产）机构

通用要求》和 JJF1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》等标准。本规范参照了上述标准，并及时关注了其现行有效版本，在技术要求上与这些通用的国家标准基本保持一致性，同时根据亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制的实际工作情况，将各项技术指标的具体要求细化。本规范的专业性和可操作性更强，方便于亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制工作的管理和使用。

2. 标准编制原则

根据编写依据的标准，参考 ISO 导则有关标准物质研制的相关文献，以及技术方面 GB/T 21649.1《粒度分析 图像分析法 第 1 部分：静态图像分析法》和 GB/T 33714《纳米技术 纳米颗粒尺寸测量 原子力显微术》等标准方法，根据目前亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制的实际工作情况和行业特色，制定适用于我国微纳标准物质的技术规范。

五. 规范的主要内容及主要技术关键

本规范正文共分 12 部分，主要内容及关键技术包括：

1) 范围

本规范适用于采用显微成像技术定值的亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的研制。由于显微成像技术溯源链完整，成像技术方法标准完善，操作性强，因此目前国内相关亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质都是采用显微成像技术定值。本规范会跟进其他定值方法，及时补充此规范。另外，本标准适用范围根据 GB/T 21649.1《粒度分析 图像分析法 第 1 部分：静态图像分析法》颗粒尺寸范围是小于 10:1 的窄分布，确定本规范的范围适用于为粒度分布标准偏差小于 10% 的亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的研制。

2) 规范性引用文件

本规范引用了其他标准的相关内容，参照 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》要求，因而增添了规范性引用文件部分。

3) 术语及定义

JJF1005 中界定的术语和定义适用于本规范。本规范特别给出了粒度、亚微米颗粒、纳米颗粒、灰度图像、阈值和分割的术语来明确规范所涉及的内容。

4) 通用要求

本规范的通用要求描述了对亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制的通用

要求，包含了获取途径、稳定性、定值和证书的要求。

5) 候选物的选取与分装

本规范在候选物的选取和分装部分，没有给具体的合成路线，因为标准样品的获取途径较多，只要满足粒度、粒度分布和稳定性初检要求的样品都可以进一步通过均匀性、稳定性检验和定值步骤成为标准物质。本部分内容强调了粉体或悬浊液候选物分装前和分装过程中需混合均匀；悬浊液候选物需要选择合适的稀释液；根据实际需求，确定单元包装量的具体分装要求。

6) 均匀性检验

一般要求与《JJF 标准物质定值及均匀性、稳定性评估指南》的要求相一致。本部分内容根据亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质研制的实际情况，要求均匀性检验应同定值方法等精度，具体列出了颗粒粒度分析技术及适用范围，并给出了每种分析方法可参考的技术标准，有利于标准物质研制者的具体操作。

7) 稳定性检验

稳定性检验和均匀性检验要求相一致。

8) 定值

亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质定值方法要满足计量溯源性要求，一般要求与《JJF 标准物质定值及均匀性、稳定性评估指南》的要求相一致。具体针对不同粒度、不同材质及应用领域，亚微米级纳米级颗粒粒度标准物质定值方法主要为扫描电子显微术、透射电子显微术、原子力显微术三种显微分析方法。本部分内容，对于样品制备、设备校准、分析方法和图像处理进行了详细的描述，特别是分析方法部分，给出了每种方法的注意事项和参考方法，为标准物质研制者的具体操作提供了保障。

9) 不确定度的评定

根据《JJF1059.1 测量不确定度的评定与表示》，《JJF 标准物质定值及均匀性、稳定性评估指南》的要求，具体给出了不确定的3部分组成，均匀性引入的不确定度、稳定性引入的不确定度和定值引入的不确定度。期中定值引入的不确定度包含有样品重复测量引入的A类不确定度。本规范的附录给出了以透射电镜分析方法为例的不确定度分析详细过程，供参考。

10) 定值结果的表示

本规范与 JJF1006 《一级标准物质技术规范》中要求一致。

11) 包装和储存

亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的包装应满足预期用途，最小包装单元根据使用需求确定，并且最小包装单元应贴有标准物质标签，标签内容和 JJF1186 《标准物质证书和标签要求》中要求一致。并要求提供标准物质在有效期内的存储要求，方便用户的使用。

12) 研制报告和证书

亚微米及纳米级颗粒粒度标准物质的研制报告和 JJF1218 《标准物质研制报告编写规则》中要求一致，证书和 JJF1186 《标准物质证书和标签要求》中要求一致。

国家标准物质计量技术委员会征求意见稿编制说明