

扫描电化学显微镜校准规范

(编制说明)

讨论稿

2024-9

扫描电化学显微镜校准规范

编制组

主编单位： 国标（北京）检验认证有限公司

一、 工作简况

1 立项目的

扫描电化学显微镜，是一个精密的扫描微电极系统，它可以在溶液状态下于材料微区域实时检测电流或施加电流于微电极与样品之间，填补电化学工作站检测空白，反映材料的局部腐蚀状态及与环境的相互作用机理，为进行局部表面科学腐蚀机理研究提供了一个新的途径。扫描电化学显微镜设备广泛应用于测量样品表面化学或生物活性的分布，金属异相电荷转移反应的研究、碳或半导体材料的异相电子转移的动力学研究，均相反应化学反应动力学研究，薄膜的表征，液-液界面的研究，生物体系的测量和成像，纳米加工，电沉积和腐蚀等。其量值的准确性对于材料的设计、研发、工艺的制订、生产流程的控制和应用具有重要意义。

制定《扫描电化学显微镜校准规范》，为有效指导和开展扫描电化学显微镜的校准工作提供详尽的技术指标，保证量值的准确，使扫描电化学显微镜电压、电流和长度等参数量值溯源性得到保证。

2 任务来源

为保证和提升我国扫描电化学显微镜试验数据的准确性，适应我国扫描电化学显微镜行业的快速发展和满足国内外市场的需要，工业和信息化部以工厅科[2023]476号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2023计量技术规范制修订计划的通知》，其计划号为：JJFZ（有色金属）011-2023，计划完成年限为2025年。

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：国标(北京)检验认证有限公司、北京科技大学、有研工程技术研究院有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、钢研纳克检测技术(股份)有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、西安汉唐分析检测有限公司、东北轻合金有限责任公司、宝钛集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。编制组成员单位均是我国有色金属行业的主要计量及科研研制单位。

3.2 主编单位简介

3.2.1 国标（北京）检验认证有限公司

国标（北京）检验认证有限公司是我国有色行业的材料研究和材料检测的权威机构。该公司运行着国家有色金属质量监督检验中心，于1985年开始筹建并承担检验任务。1990年通过国家技术质量监督检验检疫总局的审查认可，2001年通过实验室“三合一”认可。是我国有色行业金属材料检测的权威机构。中心拥有雄厚的技术力量，先进的仪器，齐全

的分析方法，以及与国际接轨的质量管理体系（ISO/IEC 17025），承接了国家质量监督抽查、实施生产许可证产品的质量检验、方圆产品认证检验、产品质量鉴定、质量评价和仲裁检验等任务。同时，研究开发新的检验技术和方法；培训检验人员和技术咨询；承担和参加国家标准、行业标准的制定和修订工作，负责和参与起草制订国家标准 150 余项，行业标准 70 余项；主编校准规范 8 项，参编校准规范 13 项，共计 21 项。

在铝及铝合金材料的监督检验方面，该公司具备深厚的基础，承担了大量的分析检测任务和标准起草制定工作。实验室配备有 ICP-MS、ICP-ES、GD-MS、光谱仪、氧氮氢测定仪等一系列化学分析仪器，可对铝及铝合金材料进行全元素定性和定量分析。实验室配备了万能材料试验机及相关配套设备，可进行高低室温下的拉伸、压缩、剪切等力学性能试验，以及弯曲、扩口、压扁、杯突等工艺性能的检测、配备有高周、低周和弯曲疲劳试验机及高、低温环境箱，可进行高、低、室温下的高周疲劳和弯曲疲劳性能，以及室温下的低周疲劳、裂纹扩展速率、断裂韧性、腐蚀疲劳等性能的检测。配备了多种硬度检测设备，可进行布氏、洛氏、维氏、韦氏等硬度检测。另外还可开展铝及铝合金的应力腐蚀、剥落腐蚀、盐雾腐蚀等抗腐蚀性能的检测，以及持久蠕变试验、冲击试验、热分析、粗糙度、电性能、密度、涂层性能等参数的检测，基本涵盖了铝及铝合金产品监督检验的领域范围。

本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，组织各单位对规范的《讨论稿》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

3.3.1 北京科技大学

北京科技大学的历史渊源可追溯至 1895 年北洋西学学堂创办的中国近代史上第一个矿冶学科。1952 年，学校由天津大学（原北洋大学）、清华大学等 6 所国内著名大学的矿冶系科组建而成，名为北京钢铁工业学院，是新中国建立的第一所钢铁工业高等学府。1960 年，更名为北京钢铁学院，并被批准为全国重点高等学校。1984 年，成为全国首批正式成立研究生院的高等学校之一。1988 年，更名为北京科技大学。1997 年 5 月，学校首批进入国家“211 工程”建设高校行列。2006 年，学校成为首批“985 工程”优势学科创新平台建设高校。2014 年，学校牵头的，以北京科技大学、东北大学为核心高校的“钢铁共性技术协同创新中心”成功入选国家“2011 计划”。2017 年，学校入选国家“双一流”建设高校。2018 年，学校获批国防科工局、教育部共建高校。目前，学校已发展成为一所工为主，工、理、管、文、经、法等多学科协调发展的教育部直属全国重点大学。

该单位积极参与编制组的各项工作会议，对规范的校准项目测长部分内容提出了有效建议，是该规范的验证单位（附验证报告），在编制组中发挥了主要作用。

3.3.2 有研工程技术研究院有限公司

有研工程技术研究院有限公司（以下简称有研工研院）是国务院国资委管理的中央企业有研科技集团有限公司（以下简称有研集团）的二级子公司。2018年1月11日在北京市怀柔科学城注册成立，2019年10月被认定为国家级高新技术企业，2020年4月入选国务院国资委“科改示范企业”。

有研工研院主要从事有色金属新材料战略高技术和前沿技术研发，产业化关键技术和行业共性技术开发，中试生产和成果转化。拥有有色金属材料制备加工国家重点实验室、智能传感功能材料国家重点实验室、国家有色金属新能源材料与制品工程技术研究中心、有色金属材料多品种小批量科研生产基地等四个国家级创新平台，担负国家第二批“大众创业、万众创新”示范基地的建设任务。下设有色金属结构材料事业部、先进电子材料事业部、新能源与生态环境材料事业部、特种加工技术与装备事业部和新材料应用技术中心五大研发主体。

有研工研院下属单位历史上先后为“两弹一星”、“神舟飞船”、“载人航天”、“探月工程”等国家重点工程和有色金属行业提供了一大批新材料、新工艺、新技术和新设备，为我国有色金属工业体系建立和国防建设提供了强有力的科技支撑。面向未来，有研工研院将秉承“创业求实，创新致远”的企业精神，努力为我国战略性新兴产业、有色金属行业共性技术、国防军工发展做出新的更大贡献。

该单位积极参与编制组的各项工作会议和标准样块的制作，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了重要作用。

3.4 各单位分工情况

3.4.1 编制组依据各单位情况，对整个规范的起草进行了分工。国标（北京）检验认证有限公司（主编单位）负责资料的调研、收集，完成校准方法研究工作，撰写标准文稿、编制说明和研究报告。有色金属技术经济研究院有限责任公司、北京科技大学、有研工程技术研究院有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、钢研纳克检测技术(股份)有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、西安汉唐分析检测有限公司、东北轻合金有限责任公司、宝钛集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司对规范内容提出具体修改意见，提供对规范方法的验证工作及完成相应验证报告，并对标准文稿等提出相应修改意见，分工见表1。

表1 各单位分工表

单位	人员	职称	工作分工
国标（北京）检验认证有限公司	张文梅	副高	规范起草编制，试验方案编订，实验数据分析，编制说明的撰写工作，会议纪要整理及规范的完善。
北京科技大学	赖明宇	副高	规范实验数据分析及讨论，内容审阅并提出修改意见，会议纪要整理。

XXXXX	XXXXX	XXXXX	内容审阅并提出修改意见
XXXXX	XXXXX	XXXXX	内容审阅并提出修改意见，规范二验工作
XXXXX	XXXXX	XXXXX	内容审阅并提出修改意见，规范二验
XXXXX	XXXXX	XXXXX	内容审阅并提出修改意见，规范二验工作
XXXXX	XXXXX	XXXXX	实验方案讨论，内容审阅并提出修改意见

4 主要工作过程

国标（北京）检验认证有限公司于 2023 年 6 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) 预研阶段

编制组内部经实地调研，就规范包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规范起草的主导思想和起草原则，对起草组人员的工作进行了分配，并对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。了解使用单位需求情况并进行测试试验，选取有代表性的仪器品牌并对其分类，收集相关技术材料。

a. 规范内容的确认

通过对各类扫描电化学显微镜的电位、电流和长度参数的了解，确认了扫描电化学显微镜的电位、电流和长度等参数的影响因素。经过学习 YY/T 1074-2002《外科植入物 不锈钢产品点蚀点位》、GB/T 24196-2009《金属和合金的腐蚀 电化学试验方法 恒电位和动电位极化测量导则》、JJF 1910-2021《电化学工作站校准规范》和 JJF 1916-2021《扫描电子显微镜校准规范》等标准和规范，确认了校准项目为电位示值误差、电流示值误差和测长示值误差为本规范的校准项目。

通过参考市场常用设备，对规范的校准项目及参数进行了调研并确认校准项目。

b. 技术指标的确认

通过参考 YY/T 1074-2002《外科植入物 不锈钢产品点蚀点位》、GB/T 24196-2009《金属和合金的腐蚀 电化学试验方法 恒电位和动电位极化测量导则》、JJF 1910-2021《电化学工作站校准规范》和 JJF 1916-2021《扫描电子显微镜校准规范》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电位示值误差要求 $\pm 0.02V$ 以内，电流示值误差要求 $\pm 5 \times 10^{-9}A$ 以内，测长示值误差要求不超过 $\pm 10\%$ 以内。

2) 2023年8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。

3) 2023年9月~2024年4月，编制组成员对《扫描电化学显微镜校准规范》中的计量特性及校准方法进行了讨论，确定了校准项目和方法，在2024年4月形成了计量规范讨论稿。

4) 2024年8月20日~23日，在青岛市召开有色金属计量技术规范研讨会，会上对《扫描电化学显微镜校准规范-讨论稿》进行了讨论，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专

家、代表就《扫描电化学显微镜校准规范-讨论稿》中的校准技术指标的表达形式等提出了修改建议和意见，同时，会上确定了项目的参编单位及一验、二验单位，明确了各项工作时间进度要求，具体内容见表2。修改后形成了《扫描电化学显微镜校准规范-征求意见稿》。

表2 《扫描电化学显微镜校准规范-讨论稿》工作安排

拟参与 编制单位	国标（北京）检验认证有限公司、北京科技大学、有研工程技术研究院有限公司等
一验单位	北京科技大学
二验单位	725 所
时间节点 安排	2025 年 1 月完成试验验证，2025 年 9 月完成规范报批

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 1910-2021《电化学工作站校准规范》和JJF 1916-2021《扫描电子显微镜校准规范》等相关内容。提出了对扫描电化学显微镜计量特性的要求，制定了基本原则和编制依据，可对扫描电化学显微镜进行校准，解决了目前没有扫描电化学显微镜校准方法的难题。

（二） 确定主要内容

1 范围

本校准规范适用于各类扫描电化学显微镜电位、电流和长度的校准。

编制理由：

- 1) 目前没有扫描电化学显微镜进行校准的规范性文件。
- 2) 为满足扫描电化学显微镜的电位、电流和长度的校准要求。
- 3) 通过对扫描电化学显微镜进行校准，为有效指导和开展扫描电化学显微镜的校准工作提供详尽的技术指标，保证量值的准确。

2 规范性引用文件

YY/T 1074-2002《外科植入物 不锈钢产品点蚀点位》

JJF 1910-2021《电化学工作站校准规范》

JJF 1916-2021《扫描电子显微镜校准规范》

引用条款：

YY/T 1074-2002《外科植入物 不锈钢产品点蚀点位》 3.4/3.5/3.6

JJF 1910-2021《电化学工作站校准规范》 7.1

JJF 1916-2021《扫描电子显微镜校准规范》 7.1

3 概述

阐述扫描电化学显微镜的工作原理及测量原理，并附原理图。

4 计量特性

1) 电位示值误差： $\pm 0.02\text{V}$ ；

2) 电流示值误差： $\pm 5 \times 10^{-9}\text{A}$ ；

3) 测长示值误差： $\pm 10\%$ 。

编制理由：

为满足扫描电化学显微镜的电位、电流和测长的使用要求，经过多方调研，电位满足 $\pm 0.02\text{V}$ 以内，电流满足 $\pm 5 \times 10^{-9}\text{A}$ 以内，测长满足 $\pm 10\%$ 以内，可满足设备的使用要求。

5 校准条件

规定了扫描电化学显微镜校准的环境条件。

编制理由：

1) 经对实验室实际工作环境进行调研得出。

2) 满足试验方法的要求。

6 测量标准

规定了扫描电化学显微镜电位、电流、测长示值误差校准使用的主要标准器及其他配套设备。

编制理由：

1) 满足扫描电化学显微镜相关参数最大允许误差1/3的要求。

2) 满足试验方法的最高需求。

3) 与实验室沟通后确认。

7 校准项目和校准方法

对校准项目及操作方法作出说明。

三、 实践检测情况

国标（北京）检验认证有限公司根据本规范对扫描电化学显微镜电位、电流、测长示值误差进行了全计量特性的校准，内容详见校准报告。

四、 标准水平分析

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扫描电化学显微镜电位、电流、测长示值误差校准的空白，属于国内首创，水平达到国内领先/国际一般/国际先进。

五、 与现行相关法律、法规、规章及相关规范，特别是规范的协调性

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。

六、 标准中涉及的专利或知识产权说明

无。

七、 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、 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。

九、 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，促进扫描电化学显微镜生产厂家按照设备使用情况合理选用校准规范，以促进我国企业的技术进步和产品质量，提高我国产品在国际、国内市场的竞争能力，走出国门践行“一带一路”，有效地化解我国的有色金属产能过剩，促进有色金属加工产业的质量提升。

十、 废止现行有关规范的建议

无。

十一、 预期效果

本规范发布后将在我国有色金属行业得到广泛的应用，使用该设备的生产厂家众多，使用厂家也多，且随着我国“城市改造、城市建设、城市绿化，保护环境”、“一带一路”和“中国制造2025”战略的实施，随着工程建筑行业的科技进步和快速发展。本规范的顺利制定将进一步推动产品的质量提升，市场潜力巨大，经济效益巨大。

十二、 其他应予说明的事项

无。

《扫描电化学显微镜校准规范》编制组
2024年9月3日