

无机分析溶液标准物质研制技术

规范编制说明

无机分析溶液标准物质研制技术规范编制小组

2024年5月31日

无机分析溶液标准物质研制技术规范编制说明

一 任务来源

本规范制定任务由国家市场监督管理总局计量司于 2023 年下达至全国标准物质计量技术委员会（市监计量发【2023】56 号）。由中国计量科学研究院、上海材料研究所、陕西省计量科学研究院、山东省计量科学研究院等单位共同制定无机分析溶液标准物质研制技术规范。

二 编制目的和意义

标准物质按照外在形态区分，大致分为气体、液体和固体标准物质三大类，其中液体标准物质使用方便，是重要的溯源性源头。现代分析化学领域，溶液标准物质作为量值传递的媒介，确保测量结果的准确性和可比性，扮演着至关重要、不可或缺的角色。

无机溶液标准物质起步早，发展速度快，品种多，涉及环境、食品、石油化工、材料、地质矿产等多个领域，在科学研究、工业应用、环境监测中具有不可替代的作用，支撑多个应用领域的量值溯源，也是目前研制最多的一类标准物质。

随着测试技术的发展，溶液标准物质的研制需要和测试技术的发展匹配，且针对不同原料、不同物质、不同形态、不同浓度、不同特性量等差异，对标准物质的研制也存在不同的技术要求，包括原料选择与分析、流程控制、方法选择等。有必要制定相应的规范，针对无机溶液标准物质的原料控制、制备及定值进行规范。

本规范作为 JJF 1343《标准物质的定值及均匀性、稳定性评估》的增补，针对无机溶液标准物质的自身特点和目前的研制现状，细化相关技术要求，可为无机溶液标准物质的研究、生产和使用提供技术参考，进一步促进我国计量规范体系的完善，提升无机溶液标准物质质量。

三 编制依据

本规范为首次编制。主要引用和参考了一下标准、规范等文件的最新版本：

- JJF 1001 通用计量术语及定义
- JJF1005 标准物质通用术语和定义
- JJF 1007 国家计量检定规程编写规则
- JJF1059.1 测量不确定度评定与表示
- JJF 1117 计量比对编写说明
- JJF1186 标准物质证书和标签要求
- JJF 1218 标准物质研制报告编写规则
- JJF1342 标准物质研制（生产）机构能力通用要求
- JJF1343 标准物质的定值及均匀性、稳定性评估
- JJF 1507 标准物质的选择与应用
- JJF1854 标准物质计量溯源性的建立、评估与表达计量技术规范
- JJF1961 纯度标准物质定值计量技术规范 高纯金属纯度标准物质
- GB/T 5274.1-2018 气体分析校准用混合气体的制备
- ISO 33405:2024 Reference materials — Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability

四 规范的主要内容

本规范在制定时，格式上参考了 JJF1071 《国家计量校准规范编写规则》内容主要包括 14 个章节：

1. 范围
2. 引用文件
3. 术语
4. 研制（生产）方案策划
5. 标准物质的研制
6. 均匀性评估
7. 稳定性评估
8. 定值
9. 不确定度评估
10. 溯源性描述

11. 定值结果比对验证
12. 结果表达
13. 保存、运输及使用
14. 研制报告、证书和标签

五 情况说明

1 范围

本规范规定了无机分析溶液标准物质的方案策划、原料选择、制备、分装、均匀性评估、稳定性评估、定值、溯源性等方面的技术要求，适用于指导无机分析溶液标准物质的研制生产。根据日本 JIS K0211-2013 分析化学用语（总则部分），无机化学分析是指“以无机物质为对象的化学分析”。

2 研制（生产）方案策划

本部分从需求分析和研制（生产）策划两部分进行了规定。从研制开始，应从国家需求、行业需求、标准需求等方面进行需求分析；根据需求分析，确定研制标准物质的预期用途，对策划过程中需要确认的关键点进行了规定，包括原料、计量器具、环境条件等控制；原料外的空白、制备、分装的影响；测量程序的评价以及多特性标准物质互为杂质的影响；多特性量值中互为杂质评估等。上述关键点参考了 JJF1854-2020《标准物质计量溯源性的建立、评估与表达计量技术规范》溯源性控制关键点要求。

3 标准物质的研制

本部分对无机分析溶液标准物质的研制过程进行了规定，具体包括原料选择（筛选）、介质要求、添加剂的选择、包装材料的选择、制备、分装等过程的要求。几个技术关键的说明如下：

（1）在原料选择上，根据标准物质预期用途，宜优先选择国家纯度有证标准物质。如果为非有证标准物质时，应开展定性分析、纯度分析以及杂质含量评估，以保证标准物质的量值的溯源性。

（2）规范规定“当纯度确认程序无法达到原级（基准）测量程序或全杂质定性、定量技术要求时，应尽量采用两种以上不同原理的测量技术对纯度进行相互验证。”是基于 JJF1343 列出的基本定值模式，针对无机溶液标准物质纯度原

料的特性提出了，以保证无机溶液标准物质最终量值的准确、可靠、可溯源。

(3) 规范规定了原料纯度（杂质含量）应与标准物质预期用途匹配，溶液标准物质质量值的准确性和不确定度水平和原料纯度及杂质水平有一定相关性，如杂质含量高可能影响原料的均匀性，对纯度的不确定度有贡献，同时对原料的取样量需要进一步评估确认；另外标准物质原料纯度太低，杂质含量可能在客户使用中有其他风险。

(4) 规范对介质、添加剂、包装材料、制备、分装等各环节分别进行了规定，通过对以上环节的质量控制，降低了由原料以外环节引入的影响特性量值的分量，保证标准物质质量值准确、可靠。

4 均匀性评估

本部分规定了均匀性检验抽取的最少单元数、多特性溶液标准物质的评估、最小取样量研究。由于本规范设定对象为溶液标准物质，其均匀性较好，因此按照均匀性好标准物质的要求确定抽取的单元数。

5 稳定性评估

本部分规定了稳定性评估的条件、多特性溶液标准物质的稳定性评估以及所用标准物质不确定度要求。

6 定值

本部分针对无机分析溶液标准物质特性，将无机溶液标准物质定值方法确定为采用配制值、测量值、定义值作为认定值这三种模式，对三种定值模式的适用情况、关键因素、质控关键、方法确认等方面进行了规定。特别是方法确认部分，为保证测试方法的整体测量能力，保证标准物质测量结果的准确、一致，增加了通过和申报标准物质特性量值匹配的计量比对，且结果获得等效一致；通过参加符合标准物质定值要求、一对一的测量审核，且结果符合要求等证明方式。该部分与JJF1343基本定值模式相适应，同时体现了无机溶液标准物质定值的适用性。

7 不确定度评估

本部分针对配制值、测量值、定义值为标准值的三种情况，分别对不确定度评估的数学模型、不确定度分量、不确定度合成等进行了规定。

8 溯源性描述

溯源性描述是标准物质研制报告的重要环节。本部分对溯源性建立的关键环

节进行了叙述，诸如原料、测量程序、仪器设备等。

9 定值结果比对验证

本章按照比对标准物质的准确性、影响力、权威性强弱，对标准物质质量值比对的优先顺序进行了规定。

五 总结

在无机分析溶液标准物质研制技术规范的编制过程中，编制小组以无机分析溶液标准物质本身特点、制备及定值技术实践为依据，参考了国内技术资料及相关标准，以国内外标准物质研制和评审数据为技术依据，并结合不同行业领域专家的意见和建议，本着科学合理、易于操作和普遍适用的原则，完成了无机分析溶液标准物质研制技术规范的编制。

国家标准物质计量技术委员会 规范编写说明