**JJF**

**中华人民共和国国家计量技术规范**

JJF XXXX-XXXX

石墨烯粉体材料鉴别计量技术规范

Technical Specification for the graphene-related powder identification

**（征求意见稿）**

20XX-XX-XX 发布 20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

石墨烯粉体材料鉴别计量技术规范

JJF ××××-××**×××**

Technical Specification for the

graphene-related powder identification

归口单位： 全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参与起草单位：

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

\*\*\*（\*\*\*）

参加起草人：

\*\*\*（\*\*\*）

目 录

[引言 II](#_Toc11920)

[1 范围 3](#_Toc31043)

[2 引用文件 3](#_Toc4261)

[3 术语和定义 3](#_Toc7483)

[4概述 4](#_Toc5049)

[5 计量特性 4](#_Toc24109)

[6 校准条件 5](#_Toc11513)

[7 校准项目和校准方法 6](#_Toc20043)

[8 结果表达 10](#_Toc14496)

[附录A 11](#_Toc26737)

[附录B 13](#_Toc16255)

[附录C 19](#_Toc11781)

[附录D 20](#_Toc20948)

# 引言

本规范以JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性规范进行制定。

本规范中，拉曼光谱法、X射线衍射法、透射电镜法等方法参照了T/CSTM 00166.1-2020 《石墨烯材料表征 第1部分 拉曼光谱法》、T/CSTM 00166.2-2020 《石墨烯材料表征 第2部分 X射线衍射法》、T/CSTM 00166.3-2020 《石墨烯材料表征第3部分 透射电镜法》的相关内容。

本规范为首次发布。

石墨烯粉体材料鉴别计量技术规范

# 1 范围

本规范适用石墨烯粉体材料，包括氧化石墨烯、还原氧化石墨烯等方法制备的石墨烯粉体材料。

# 2 引用文件

本规范引用下列文件：

GB/T 30544.13-2018 纳米科技 术语 第13部分：石墨烯及相关二维材料

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

# 3 术语和定义

3.1 石墨烯graphene

石墨烯层 graphene layer

单层石墨烯 single-layer graphene; monolayer graphene

由一个碳原子与周围三个近邻碳原子结合形成蜂窝状结构的碳原子单层。

注1：它是许多碳纳米物体的重要构建单元。

注2：由于石墨烯仅有一层，因此通常被称为单层石墨烯。石墨烯缩写为1LG，以便区别于缩写为2LG的双层石墨烯和缩写为FLG的少层石墨烯。

注3：石墨烯有边界，并且在碳-碳键遭到破坏的地方有缺陷和晶界。

3.2 氧化石墨 graphite oxide

对基平面（basal planes）进行强氧化改性后得到的化学改性石墨。

注：氧化石墨的结构和性质取决于氧化程度和合成方法。

3.3 氧化石墨烯graphene oxide

对石墨进行氧化剂剥离后所得到的化学改性石墨烯，其基平面已被强氧化改性。

注：氧化石墨的结构和性质取决于氧化程度和合成方法。

3.4 还原氧化石墨烯 reduced graphene oxide

氧含量被降低后的氧化石墨烯。

注1：可通过化学、热学、微博、光化、光热、微生物/细菌等方法，或者剥离还原氧化石墨方法得到还原氧化石墨烯。

注2：如果氧化石墨烯被完全还原，那么得到的就是石墨烯。然而，试剂上仍会残留部分涵养功能基团，并且sp3化学键也无法完全还原为sp2化学键。不同的还原介质将导致还原氧化石墨烯具有不同的碳氧原子比及不同的化学组分。

注3：还原氧化石墨烯可有不同的形态，例如片状或蠕虫状结构。

# 4概述

石墨烯是由单层碳原子构成的蜂窝状二维晶体材料。石墨烯独特的结构赋予了其良好的电学、热学、力学、光学等特性，如超高的载流子迁移率、超高的机械强度、良好的柔性、超高的热导率、高透光性、以及良好的化学稳定性等。这些优异的性质使得石墨烯在电子信息、储能、热管理、生物医学、节能环保、以及航空航天和国防军工等诸多领域具有广阔的应用前景。

石墨烯粉体材料包括石墨烯、氧化石墨烯、还原氧化石墨烯等少层数石墨烯粉体材料。由于石墨烯的厚度一般仅为几个原子层，晶体缺陷、表面吸附物质的不同和制备方法的区别都会引起表征结果的不同。因此需要采用拉曼光谱仪、X射线衍射仪、原子力显微镜、透射电镜等多参数测试技术，将结果互相比较、互相印证才能得到关于石墨烯的准确信息。通过这些测试方法对石墨烯材料的性能评价，为石墨烯制备工艺的改进提供依据，为高质量石墨烯的制备提供支持。

# 5 计量特性

石墨烯粉体的技术要求见表1。

表1 石墨烯粉体的技术要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 技术项目 | 技术要求 |
| 1 | 拉曼频移 | D峰(1346±15) cm-1；G峰(1592±14) cm-1；  2D峰(2700±30) cm-1 |
| 2 | X射线衍射2*θ*角 | 石墨烯粉体2*θ*:10.0±1.8° ~ 26.0±1.7°，半峰宽大于2° |
| 3 | 厚度 | 层数\*≤10 层；  石墨烯单层厚度＜0.5nm  石墨烯粉体材料单层厚度在0.4nm-1.5nm |
| 4 | 高分辨图像 | 高分辨晶格图像≤10 层 |

\*层数可通过样品厚度和单层石墨烯厚度范围估算得到。

步骤及流程如图1所示。

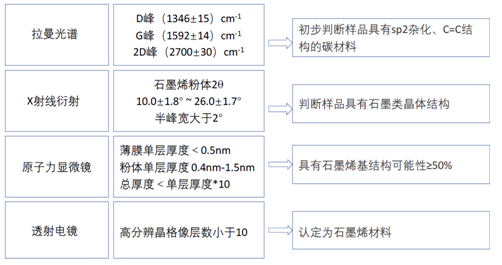


图1 石墨烯粉体的判定流程

注：对各个测试结果依据表1 技术要求，按照图1 所示流程进行综合分析判断。

# 6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（15~30）℃，或按仪器说明书规定；

6.1.2 相对湿度：≤65%，或按仪器说明书规定；

6.1.3 其他：远离振动、无强电磁场干扰。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1拉曼频移标准物质

应使用拉曼频移范围涵盖(100-3100) cm-1的有证标准物质，标准物质拉曼频移的扩展不确定度优于3.0 cm-1（*k*=2）。

6.2.2 X射线衍射仪

应使用经过校准的X射线衍射仪，2*θ*示值误差在0.02o以内。

6.2.3 原子力显微镜

宜使用经过校准的原子力显微镜，z方向重复性不超过5%。

6.2.4 透射电镜放大倍率校准用标准物质

透射电镜高、中低放大倍率标准物质，相对扩展不确定度优于5%（*k*=2）。

# 7 校准项目和校准方法

7.1　拉曼光谱法

7.1.1 仪器校准

选择拉曼频移范围涵盖(100-3100) cm-1的有证标准物质，依据GB/T 36063在光谱范围内进行线性校准，并做标准曲线。通过测量标准物质得到的校准曲线来校准样品D峰、G峰、2D峰的拉曼频移。

7.1.2 样品制备

粉体样品铺陈到基底上，用干净的小勺或载玻片轻压样品使样品铺平。宜使用Si、玻璃、石英、表面覆盖有300 nm 或90 nmSiO2层的Si 等基底。

7.1.3 测试参数的选择

宜使用450 nm-650 nm 的激发波长，如488 nm、514 nm、532 nm 或633 nm。

通过更换衰减片来调节入射到样品上的激光功率，避免样品被激光加热和损伤，测定所用激光功率，激光能量宜小于5 mW。根据待测样品设定总积分时间，总积分时间宜小于60 s。扫描范围(100-3200) cm-1。

在样品瓶的上、中、下至少6 个位置取样进行测试。

7.1.4 图谱及数据处理

通过暗修正或暗减法扣除探测器、热电荷等干扰因素引起的背景噪声。通过洛伦兹或高斯拟合确定拉曼光谱特征峰的拉曼频移、半峰宽和强度值。

注1：部分拉曼测试软件测试过程中可调用背景并进行扣除，此时获得的拉曼光谱无需再进行扣背景处理。

注2：部分拉曼分析软件有自动寻峰功能，其原理基于洛伦兹或高斯拟合，获得的拉曼光谱无需再进行拟合，可直接记录获得的拉曼特征峰数据。

7.2　X射线衍射法

7.2.1 仪器校准

仪器在使用前需确认已按照JJG 629 进行了校准，且在有效期内。

7.2.2 样品准备

将石墨烯粉末试样置于载样片凹槽中压平压实至样品表面与载样片表面在同一平面内。排除玻璃载样片的影响。可按取样规则取样测量。

7.2.3 测试参数的选择

7.2.3.1 管电压和管电流

使用的管电压和管电流不应超过所使用的X 射线管所规定的最大管电压和管电流，部分仪器以最大使用功率表示。

7.2.3.2 狭缝宽度

狭缝的种类有发散狭缝、防散射狭缝、接收狭缝和索拉狭缝。总的来说，狭缝的宽度大小对衍射强度和分辨率都有影响。宽度越大，衍射强度越大，但分辨率越差；反之，宽度越小，衍射强度越弱，而分辨率越好。选用合适的狭缝宽度，使整个测量过程中X 射线尽量完全打在样品测量面内。发散狭缝的大小应满足通过公式（1）计算得到的样品表面受照区宽度不大于样品框的装样窗孔宽度。防散射狭缝一般使用与发散狭缝一致的狭缝大小。

*L*=*αR*/sin*θ* （1）

式中：

*L*——样品表面受照区宽度，mm；

*a*——发散狭缝角度，°；

*R*——测角仪半径，mm；

*θ*——布拉格角，°。

7.2.3.3 采谱范围

采谱范围为5°~60°。

7.2.3.4 采谱模式

采谱模式为连续扫描或实时采谱。

7.2.3.5 采谱速度或时长

采谱速度为(4°~8°) /min，或采谱时长为10min 以上。

7.2.3.6 采谱步宽（对扫描式X射线衍射仪）

采谱步宽一般可设0.02°，对峰宽较大的石墨烯样品可选用较大的步宽，采谱步宽不应大于最尖锐峰的半高宽的1/3。

7.2.4 获得衍射图谱

将准备好的样片置于衍射仪样片台上，按照7.3 仪器测试参数对样品进行采谱，获得样品的衍射谱图。样品重复测试不少于3 次，记录谱图。

7.2.5 数据处理

7.2.5.1 平滑处理

对获得的每幅图谱用11 个点平滑一次。

7.2.5.2 扣背景处理

在荧光峰等导致基线不水平时需要作背景扣除。

7.2.5.3 寻峰

标记衍射峰角度2*θ*、强度、半峰宽等数据，通过测量标准物质得到的校准曲线来校准衍射峰角度，通过布拉格方程（式（1））计算晶面间距*d*(hkl)值。测量结果平均值为最终结果。

7.3　原子力显微镜法

7.3.1样品制备

将石墨烯材料分散到去离子水中，超声混匀后稀释。可二次稀释。

将溶液滴涂在新鲜裂解的云母片上，室温阴干。

注：宜在洁净间制样，如果没有洁净间条件，干燥过程推荐宜用封口膜封住培养皿。

7.3.2样品测试

通过光学显微镜选择基底上平整且无明显污染物的区域进行测试。使用轻敲模式或智能模式成像。得到*m*片（*m≥*15）石墨烯材料图像。

7.3.4厚度计算方法

使用在所测石墨烯材料的台阶处不同位置划取*n*≥3条水平轮廓线。在划取轮廓线时尽量选取边界明显位置，保证轮廓线在台阶两侧部分分别位于基底上和样品上。

利用软件分析功能将每一条划取的台阶两侧（基底和样品）的高度数据分别转换为高度概率分布直方图。最后利用高斯拟合得到基底与样品的高度概率分布的最大值，差减法计算出所测石墨烯材料的厚度值。*m*片石墨烯材料*n*条轮廓线所测的厚度平均值和厚度标准偏差为最终结果。

7.4 透射电镜法

7.4.1　仪器校准

采用高、中低放大倍数及污染率标准物质进行仪器校准。

7.4.2　样品前处理

分散及稀释；二次分散；超薄碳膜被测样品制备；样品干燥。具体操作参见附录A.2。样品制备过程中，应保持环境及用具清洁，避免出现污染物。

7.4.3　测试位置选择

把整个微栅碳膜分为四个区。低放大倍率下，依次在四个区中移动样品杆的X 轴和Y 轴，先使用Z 轴机械聚焦，然后使用磁透镜磁场聚焦，在稍欠焦条件下（参考仪器厂家给出的参考值）观察、选择测试位置，如图1所示。每个区选择至少3 个有石墨烯材料的测试位置，且任意两个测试位置之间的距离应大于0.2 mm。

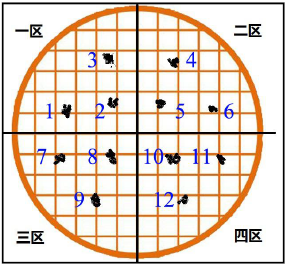


图2 石墨烯材料测试位置的选择

7.4.4　拍摄明场像和高分辨晶格像

7.4.4.1　明场像

在选择的测试位置，切换成选区电子衍射模式，选择合适的物镜光阑套住透射束，然后切换到明场像模式，调节照明亮度并聚焦，使图像亮度适中，衬度最佳，又不会使荧光屏和相机过度曝光；选择合适的放大倍率，使待测区占整个图像的三分之二左右，图像像素设置为相机最大像素，曝光时间的选择范围为0.5 s-1 s。拍摄不同位置的明场像并存储图像。

7.4.4.2　高分辨晶格像

明场像模式下，拔出所有光阑，把放大倍率调到50 万倍左右，调节电子束的倾斜度，调节照明亮度和聚焦，图像像素设置为相机最大像素，曝光时间的选择范围为0.1 s-0.5 s。拍摄不同位置的高分辨晶格像并存储图像，要求所有图像的放大倍率相同、像素相同、曝光时间相同。

7.4.5　层数

石墨烯材料的高分辨晶格像中，晶格条纹是电子被石墨烯层衍射而产生的亮线暗线交替排列的平行线，一条暗线对应一层石墨烯，通过人眼视觉计数晶格条纹中的暗线数量，该数量即为石墨烯的层数L。

7.4.6　层间距计算

从高分辨晶格像中选择平行度好、衬度清晰的晶格条纹区域，使用ImageJ（或Gatan Digital Micrograph）软件生成条纹垂直方向的灰度值谱图，从谱图中选取两个边缘强度峰之间的所有强度峰，人眼视觉计数为*N*，使用上述软件的尺寸测量功能，测量*N* 个强度峰（*N*-1 个石墨烯层间距）的总宽度*W*，计算相邻强度峰之间的平均间距，即石墨烯的平均层间距dg，见公式（2）。

dg = *W*/（*N*-1） （2）

式中：

dg——石墨烯的平均层间距，单位为纳米（nm）；

*W*——*N* 个强度峰（*N*-1 个石墨烯层间距）的总宽度，单位为纳米（nm）。

# 8 结果表达

经判定的石墨烯粉体材料出具证书。测试报告包括但不仅限于以下信息：

a) 测试人员、日期；

b) 样品来源；

c) 样本的详细描述，包括厂家、样品编号、生产批号、样品形态；

d) 测定依据；

e) 测试仪器的名称、型号；

f) 测试数据。

# 附录A

石墨烯粉体测试

* 1. 拉曼光谱

在样品中随机选取六个位置进行测试。激光共聚焦拉曼光谱仪采用拉曼频移标准物质GBW13654校准，激光激发波长514.5 nm，光栅密度1800 g/mm，狭缝150 μm，波数范围(0-3100) cm-1，积分时间60 s。

测试结果：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 拉曼光谱频移特性量值 | 平均值cm-1 | 标准偏差cm-1 |
| D峰 | 1341.1 | 0.7 |
| G峰 | 1586.4 | 2.4 |

* 1. X射线衍射

任选5个位置分别取样进行测试。X射线衍射仪经过检定校准，测量条件是发散狭缝 (2/3)°、接收狭缝 (2/3)°，连续扫描，扫描范围5°~60°，扫描速度4°/min，步宽0.02°。

测试结果：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 衍射峰角度 (2*θ*)位置 | 平均值 | 标准偏差 |
| 1 | 25.35° | 0.14° |
| 2 | 43.19° | 0.07° |

* 1. 厚度

称取5 mg 石墨烯粉体样品，稀释至1000 ml水中（浓度为0.005 mg/ml）。取10 μl上述石墨烯水溶液滴至新鲜裂解云母片上，干燥后AFM扫描测试，最终保存10片随机石墨烯材料图像，每个图像进行3-5次测量分析。采用轻敲模式，扫描范围(10×10) μm，扫描速率0.8 Hz。

测试结果：

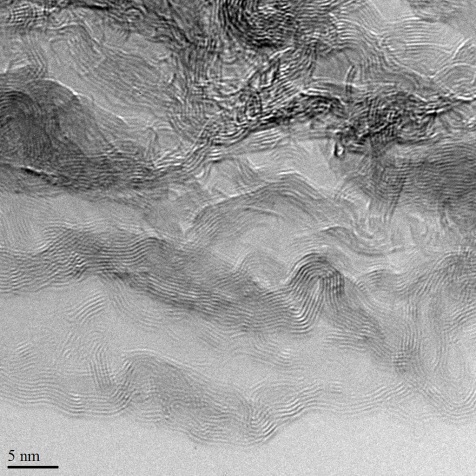
厚度平均值 1.2 nm；厚度标准偏差0.1 nm

* 1. 厚度

在样品中随机选取6个粉末颗粒进行测试，每个颗粒中选取1个区域进行明场成像、选区电子衍射成像和高分辨成像，从获得的高分辨图像中选取5个位置测量石墨烯层厚度。实验参数是加速电压200 kV，放大倍数：12500×~500000×；图像像素尺寸：1024像素×1024像素；曝光时间：0.3 s。

测试结果：

样品的高分辨晶格像如下图所示。从图中可以看出，样品堆叠在一起，层数在5-8层之间。



1

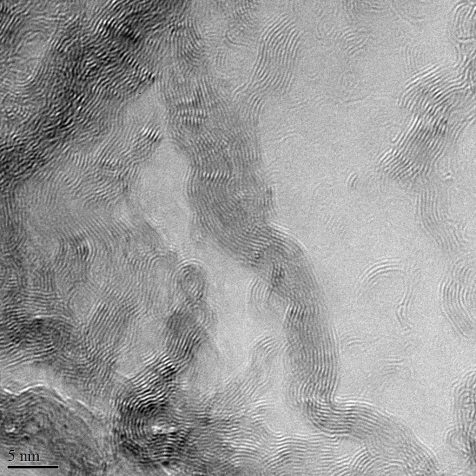
2

3

4

5

(b)



1

2

3

4

5

(a)

样品高分辨晶格像

* 1. 石墨烯粉体技术要求

根据技术要求判定被测样品为石墨烯材料。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 测试结果 | 技术要求 |
| 拉曼频移 | D峰: (1341.1±0.7) cm-1  G峰: (1586.4±2.4) cm-1 | D峰(1345±15) cm-1；  G峰(1592±14) cm-1；  2D峰(2700±30) cm-1 |
| X射线衍射2*θ*角 | (25.35±0.14)o | 石墨烯26.4±0.3°  还原氧化石墨烯25.8±1.4°；氧化石墨烯11.0±1.7° |
| 厚度 | (1.2±0.1) nm | 层数\*≤10层；  石墨烯单层厚度＜0.5nm  石墨烯粉体材料单层厚度在0.4nm-1.5nm |
| 透射电镜 | 5层-8层 | 单层：电子衍射谱的最内层是由六个衍射斑点组成的正六边形；多层：电子衍射谱的最内层是由六个衍射斑点组成的正六边形 |

\*层数可通过样品厚度和单层石墨烯厚度范围估算得到。

# 附录B

不确定度评定示例

B.1 拉曼频移的校准不确定度评定示例

B.1.1 校准方法简述及测量模型

以标准物质的拉曼测量平均值为纵坐标，以标准物质的频移标准值为横坐标，对所得数据点进行线性拟合，如式(B.1)：

*y*=*a*+*bx* (B.1)

式中：

*y* —拉曼频移测量值，单位为每厘米(cm-1)；

*x* —拉曼频移标准值，单位为每厘米(cm-1)；

*a* —拟合直线的截距，单位为每厘米(cm-1)；

*b* —拟合直线的斜率，无量纲。

将石墨烯粉体材料拉曼频移代入式(B.1)，从而得到石墨烯粉体材料拉曼频移的校准值。

B.1.2 不确定度评定

B.1.2.1 校准引入的不确定度分量

所选标准物质频移范围涵盖了待测样品石墨烯的频移范围，因此选用GBW13652萘拉曼频移标准物质在(100-3100) cm-1范围内进行拉曼频移线性校准。

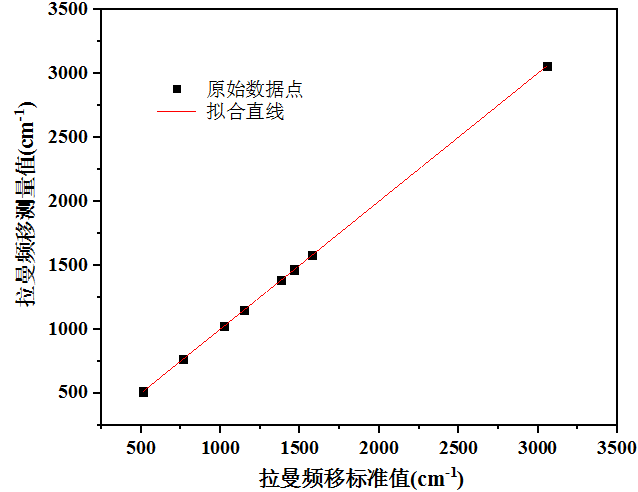


图 B.1 标准物质拉曼频移测量结果

图B.1的线性拟合结果为：

*y*=1.0007*x*+0.8853；

线性相关系数*r*=1.000。

仪器校准引入的不确定度*u*plot见式(B.2)：

 (B.2)

其中：





式中：

*p*­­—待测样品拉曼频移的测量次数，单位为个；

*n*—标准物质拉曼频移测量的次数，单位为个；

—待测样品拉曼频移的测量平均值，单位为每厘米（cm-1）；

—标准物质所用频移测量*n*次的平均值，单位为每厘米（cm-1）；

Δνm,j—标准样品第*j*次测量拉曼频移值，单位为每厘米（cm-1）；

Δνc,j—标准物质第*j*次测量的拉曼频移，单位为每厘米（cm-1）。

计算得出，*S*=0.6586 cm-1，*S*xx=4.165\*107 cm-1，*b*=1.0007。石墨烯样品共测试9次，故*p*=9。对GBW13652标准物质8条谱线每条分别测量6次，故*n*=48。依据公式进行计算，*u*plot=0.27 cm-1。

B.1.2.2测量重复性引入的不确定度

石墨烯D峰9次测量结果的标准偏差为*u*r=2.62 cm-1，测量结果见表B.1。

表B.1 石墨烯D峰的测试结果（cm-1）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 平均值 | 标准偏差 |
| 1343.87 | 1346.32 | 1346.28 | 1346.38 | 1345.06 | 1346.58 | 1345.74 | 1345.35 | 1345.25 | 1345.64 | 2.62 |

B.1.2.3标准物质引入的不确定度

标准物质引入的不确定度*u*RM见式(B.3)：

 (B.3)

式中：

*u*ΔνRM—标准物质拉曼频移的标准不确定度；

*n* —校准中拉曼频移测量的次数。

所测的标准物质中，与石墨烯D峰1345 cm-1最接近的是萘位于1381.3 cm-1的拉曼频移的扩展不确定度2.2 cm-1(*k*=2)作为*u*ΔνRM。

*u*RM=2.2/2/481/2=0.16 cm-1。

B.1.2.4合成不确定度

合成不确定度*uc*包括校准引入的不确定度和测量引入的不确定度等因素，由公式(4)计算得到：

 (B.4)

合成不确定度按照公式B.4计算为2.64 cm-1。

B.1.2.5 扩展不确定度

扩展不确定度*U*由公式(B.5)计算得到：

*U*=*k*\**uc*  (B.5)

取包含因子*k*=2，*U*=5.3 cm-1。

B.2 X射线衍射的校准不确定度评定示例

B.2.1 校准方法简述及测量模型

以标准物质的所有晶面2*θ*角度测量平均值为纵坐标，以标准物质的所有晶面2*θ*角度标准值为横坐标，对所得数据点进行线性拟合，如式(B.6)：

*y*=*a*+*bx* (B.6)

式中：

*y* —2*θ*角度测量值，单位为每厘米(cm-1)；

*x* —2*θ*角度标准值，单位为每厘米(cm-1)；

*a* —拟合直线的截距，单位为每厘米(cm-1)；

*b* —拟合直线的斜率，无量纲。

将石墨烯粉体材料2*θ*角度测量值代入式(B.6)，从而得到石墨烯粉体材料2*θ*角度的校准值。

B.2.2 不确定度评定

B.2.2.1 校准曲线引入的不确定度分量

校准曲线引入的不确定度见式(B.7)、(B.8).

 （B.7）

其中， （B.8）

式中：

*S*：剩余标准偏差；

*a：*拟合直线的截距；

*b*：拟合直线的斜率；

*p*：测试样品晶面测量的次数；

*n*：标准物质所有晶面测量的总次数；

*x*0：测试样品的测量平均值；

*x*：标准物质的测量平均值；

*x*i：标准物质第*i*次测量的标准值；

：标准物质的标准值的平均值；

*y*：标准物质的测量值。

计算得出，*S*=0.0062，*S*xx=10166.45，*b*=0.99995。石墨烯粉体样品共测试9次，故*p*=9；对标准物质8个晶面各测1次，故*n*=8。依据公式进行计算，该石墨烯粉体样品测量值校准后的总平均值校准结果（*x*0=12.0085）的不确定度*uplot*( *x*0) =0.0044°。

B.2.2.2 测量重复性引入的不确定度

测量重复性引入的不确定度可以通过计算重复测量的标准偏差表示。该石墨烯粉体9次测量结果的标准偏差为*ur*=0.1207°。

B.2.2.3 标准物质引入的不确定度

所测的标准物质*a*值为0.491406±0.000020 nm，*c*值为0.540554±0.000020 nm，经计算可得标准物质在2*θ=*12.0085°处引入的不确定度为*uRM*=5.01E-06°。

B.2.2.4合成不确定度

合成不确定度*uc*包括校准引入的不确定度和测量引入的不确定度等因素，由公式(B.9)计算得到：

 (B.9)

合成不确定度按照公式B.9计算为0.1208°。

B.2.2.5 扩展不确定度

扩展不确定度*U*由公式(B.10)计算得到：

*U*=*k*\**uc*  (B.10)

取包含因子*k*=2，*U*=0.2416°。

B.3 厚度的校准不确定度评定示例

B.3.1 校准设备引入的不确定度

使用AFM的分辨率用作整个间隔宽度（*d*），分辨率的一半（*d*/2）用作半宽间隔。将其视为均匀分布，设备引入的不确定度分量通过以下公式计算：

B.3.2 测量过程引入的不确定度

仪器安装在清洁间内，温度、湿度保持恒定，温度、湿度和振动的影响可以忽略不计。根据测量数据评估不确定度。在测量一个氧化石墨烯薄片厚度时，应通过两次重复AFM测量（*m*=2）的六次单独分析（*n*=6）获得结果。表B.2为石墨烯厚度的测量结果。

表B.2 石墨烯厚度的测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量人员 | 测量次数 | 高度（统计结果） | | 石墨烯厚度  (nm） | 平均值  (nm) |
| 样品(nm) | 基底(nm) |
| 1 | 1- 1 | 1.50 | 0.12 | 1.38 | 1.31 |
| 1- 2 | 1.38 | 0.08 | 1.30 |
| 1-3 | 1.43 | 0.10 | 1.33 |
| 1-4 | 1.38 | 0.10 | 1.29 |
| 1-5 | 1.40 | 0.13 | 1.27 |
| 1-6 | 1.41 | 0.09 | 1.32 |
| 2 | 2- 1 | 1.30 | 0.03 | 1.27 | 1.27 |
| 2- 2 | 1.32 | 0.04 | 1.28 |
| 2-3 | 1.31 | 0.04 | 1.27 |
| 2-4 | 1.30 | 0.01 | 1.28 |
| 2-5 | 1.29 | 0.03 | 1.26 |
| 2-6 | 1.33 | 0.05 | 1.29 |
| 平均值（nm） | | | | 1.30 | / |
| 标准偏差（nm） | | | | 0.03 |

测量过程引入的不确定度通过下式计算得到：

因此，合成不确定度为：

取包含因子*k*=2，扩展不确定度为：

*U* = *k*·*u*c= 2×0.04 = 0.08 nm

# 附录C

原始记录格式

客户名称： 制 造 厂：

证书编号： 样品名称：

型 号： 出厂编号：

环境温度： ℃ 相对湿度： %

测试日期： 测试地点：

依据的技术文件：

使用的仪器设备：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名 称 | 测量范围 | 不确定度/  准确度等级 | 证书编号 | 证书有效期至  (YYYY-MM-DD) |
|  |  |  |  |  |

测量结果：

1. 拉曼光谱
2. X射线衍射
3. 原子力显微镜
4. 透射电镜

# 附录D

证书（内页）格式

D.1 证书第2页式样

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 证书编号：XXXX-XXXX   |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | 机构授权说明 | | | | | | | 测试所参考的技术文件（代号、名称） | | | | | | |  | | | | | | | 测试环境条件及地点： | | | | | | | 温度： | | ℃ | 地点： |  | | | | 湿度： | | % RH | 其它： |  | | | | 测试使用的计量基（标）准装置（含标准物质）/主要仪器 | | | | | | | 名称 | 测量范围 | 不确定度/  准确度等级 | | 报告编号 | 证书有效期至  (YYYY-MM-DD) | |  |  |  | |  |  |   第X页 共X页 |

D.2 证书第3页式样

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 证书编号：XXXX-XXXX   |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | 序号 | 技术项目 | 测试结果 | 技术要求 | | 1 | 拉曼频移 |  | D峰(1346±15) cm-1；G峰(1592±14) cm-1；  2D峰(2700±30) cm-1 | | 2 | X射线衍射2*θ*角 |  | 石墨烯粉体2*θ*:10.0±1.8° ~ 26.0±1.7°，半峰宽大于2° | | 3 | 厚度 |  | 层数\*≤10 层；  石墨烯单层厚度＜0.5nm  石墨烯粉体材料单层厚度在0.4nm-1.5nm | | 4 | 高分辨图像 |  | 高分辨晶格图像≤10 层 |   第X页 共X页 |