

钼酸铵中钼量的测定的不确定度的评定报告

1、评定对象

钼酸铵中钼量的测定测量过程。

2、评定方法

执行《测量不确定评定流程》，采用 GUM 法评定钼酸铵中钼量测定的测量不确定度。

3、测量方法

执行 YS/T 555.1-2009 《钼精矿化学分析方法——钼量的测定 钼酸铅重量法》。

4、测量标准

钼含量 (%)	允许差 (%)
$\geq 40.00 \sim 50.00$	0.40
> 50.00	0.50

注:参照 YS/T 555.1-2009 测量方法中的允差。

5、标准不确定度来源和计算

平行称取钼酸铵样品 0.24g, 精确至 0.0001g(m_0), 加入 70ml 蒸馏水, 2ml 浓氨水, 加热溶解至清亮, 在乙酸铵溶液中 (pH=5~7), 加入乙酸铅溶液形成钼酸铅沉淀, 洗涤、过滤沉淀, 在 550-600℃灼烧, 根据钼酸铅

的质量计算钼含量。评定此分析过程的不确定度。

此分析过程的不确定度主要来源于样品称量引入的不确定度：包括天平示值误差产生的标准不确定度、天平分辨率产生的标准不确定度、重复测量产生的标准不确定度。不确定度评定过程具体如下：

被测量样品中钼的含量，其计算数学模型：

$$\omega(Mo) = \frac{m \times 0.2613}{m_0} \times 100$$

式中： m 为灼烧后钼酸铅的质量，g；

m_0 为钼酸铵的质量，g；

0.2613 是钼酸铅换算成钼的系数。

各分量不确定度的评定：

5.1 样品称量引入的标准不确定度

5.1.1 天平示值误差产生的标准不确定度 $u_1(m)$ ：

根据仪器检定证书，天平的最大允许差为 $\pm 0.5\text{mg}$ ，按均匀分布评定，

$$k = \sqrt{3}, \text{ 则 } u_1(m) = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.289\text{mg}$$

相对标准不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{u_1(m)}{m} = \frac{0.289\text{mg}}{0.2400\text{g}} = 0.0012$$

5.1.2 天平分辨率产生的标准不确定度 $\mu_2(m)$

天平分辨率为 $\pm 0.1\text{mg}$, 则由天平分辨率产生的标准不确定度 $u_2(m)$ 为:

$$u_2(m) = \frac{a}{K} = \frac{\delta_x}{2\sqrt{3}} = 0.29\delta_x = 0.29 \times 0.1 = 0.029\text{mg}$$

相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}2}(m) = \frac{u_2(m)}{m} = \frac{0.029\text{mg}}{0.24\text{g}} = 0.00012$$

5.1.3 重复测量产生的标准不确定度 $u_3(m)$

在重复性条件下, 对同一钼酸铵试样独立重复测定 10 次, 测定结果见表 1。

表 1 钼含量测定结果 %

序号	1	2	3	4	5
w (Mo)	56.09	56.14	56.08	56.13	56.11
序号	6	7	8	9	10
w (Mo)	56.11	56.12	56.10	56.15	56.07
平均值	56.11				

用贝塞尔公式计算可得标准偏差 $S=0.043\%$

同一试样重复测定两次的标准不确定度为: $u_3(m) = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{0.043}{\sqrt{2}} = 0.026\%$

相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}3}(m) = \frac{\mu_3(m)}{\bar{w}} = \frac{0.026}{56.11} = 0.00046$$

5.2 样品中钼量的合成相对标准不确定度

$u_{\text{rel}2}(m)$ 远远小于 $u_{\text{rel}3}(m)$ 所以计算合成不确定度时舍弃 $u_{\text{rel}2}(m)$

实际进行三次称量, 一次是试样质量, 一次是空坩埚质量, 还有一次是空坩埚和灼烧后的沉淀质量之和, 且以上两个不确定度分量彼此独立不相关, 因此, 样品称量引入的相对标准不确定度 $\mu_{\text{rel}}(m)$ 为:

$$u_{rel}(m) = \sqrt{3 \times \mu_{rel1}^2(m) + \mu_{rel3}^2(m)} = \sqrt{3 \times 0.0014^2 + 0.00046^2} = 0.0025$$

5.3 钼酸铵中钼含量测量结果的扩展不确定度

通常将置信水平设定为 95%，取包含因子 $k=2$ ，钼量的拓展不确定度为：

$$U_{rel(m)} = k \times u_{rel(m)} = 2 \times 0.0025 = 0.005$$

$$U = U_{rel(m)} \times \omega(Mo) = 0.005 \times 56.11\% = 0.28\%$$

6、测量结果表示

$$\omega(Mo)(\%) = (56.11 \pm 0.28)\%, k=2$$

7、与控制限比较

钼酸铵中钼量的测定，钼含量 $> 50\%$ 时，允许差 0.50%，评定的扩展不确定度为 0.28%，表明该过程在控制限内，判定其过程受控。

8、附件

8.1 钼量测量原始记录

8.2 不确定度评定记录

8.3 电子天平检定/校准证书复印件。

8.4 其它监视记录

编制人：

危永佳

编制日期：2021 年 10 月 22 日