**WCB材料C含量检测测量过程不确定度评定**

1.检测条件及要求：

1．1 检测仪器:

光谱仪：发射光谱仪；

1．2 检测环境：(20-30)℃

1．3 测量试样加工要求：直径≥15mm, 表面粗糙度Ra1.6

1．4试样的检测

检测人员根据试样的材料和元素含量，选取所需要的工作通道后进行测试。实际测定时最少在一块试样的不同部位连续激发3次，直接读出测定元素的含量，求取平均值。

2、建立数学模型

f=m

式中：f为被测物体的化学成分；m为光谱仪显示的成分数据。

3.不确定度来源及评定过程

3．1 不确定度的来源

基于分析方法、检测设备工作原理和以往的工作经验，光谱仪测定C含量的不确定度来源主要包括：(1)测试人员对试样的激发操作点不同引起测试结果偏差；(2)计量的局限性，如稳定性、标准试样的不确定度等；(3)样品的内在成分不均匀及试样表面的粗糙度；(4)测量设备的校准不确定度；(5)环境的温度、湿度的变化，电流、电压及仪器所需氩气流量影响；(6)工作曲线校正、仪器测量方法、测量过程及测量结果修约。

3．2 不确定度的评定

3．2．1 标准试样不确定度的评定

利用光谱仪测量材料成分中各元素时，以C元素为例，进行不确定度的评定。选一个试样（标准试样证书：YSBS11180e-2014，定值日期：2014年有效期15年）

按下激发开关进行6次平行测试，其数据结果见下：

0.243 0.244 0.245 0.242 0.241 0.243

采用A类不确定度评定，平均值为：0.2430

S=

6次测量结果平均值标准不确定度为：

u1=

其相对不确定度为：ur1=0.0006/0.2430=0.0025%

3．2．2 待测样品不确定度的评定

取试样，用砂轮打磨，用砂纸细磨等工序，使其表面光洁、无污染物，置于光谱仪激发台上，平行测试6次，其结果见下：

0.242 0.257 0.242 0.237 0.236 0.241

采用A类不确定度评定，平均值为：0.2408

S=

实际测定时最少在一块试样的不同部位连续激发3次，测量结果平均值标准不确定度为：

u2=

其相对不确定度为：ur2 = 0.0048/0.2408=0.0018%

3．3 测试结果分析

3．3．1 由仪器自身校准不确定度引起的不确定度：

光谱仪为*Ur*=2.8%，*k*=2，所以

uI3=2.8%/2=1.4%

3．3．2 由标准物质在定值时引起的不确定度

由标样定值引起的不确定度可以通过测量数据的标准偏差、测量组数及所要求的置信概率按统计方法计算。标样定值一般是由8个以上实验室共同完成，证书中列出了定值时产生的标准不确定度*U*r为0.0034%

则ur4 =*Ur/k*=0.0017%

3．3．3 环境对测量不确定度的影响

由于在做此项试验时，工作环境条件稳定，故由环境条件产生的不确定度忽略不计。

3．3．4 由试样制备引起的不确定度

假设试样是均质、制样合乎标准要求，表面处理十分理想，试样引起的不确定度可以忽略。

3．4 不确定度的计算

3．4．1 相对合成不确定度

因为在测试过程中产生不确定度的各个分量互不相关，所以此方法的相对合成不确定度为：

$$ur=\sqrt{u\_{1}^{2}+u\_{2}^{2}+u\_{3}^{2}+u\_{4}^{2}}=\sqrt{0.0025^{2}+0.0018^{2}+1.4^{2}+0.0017^{2}}=1.4001\%$$

3．4．2 扩展不确定度

因此相对扩展不确定度:

*U*r=2×1.4001％ =2.8002％≈2.9%。*k*=2

