

金属材料元素含量控制规范

一. 测量方法

参照 GB/T 4336 - 2016、GB/T 11170-2008 不锈钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法)、YS/T482-2005 铜及铜合金分析方法光电发射光谱法, 用移动式合金光谱分析仪进行元素含量测定。

二. 测量设备

移动式合金光谱分析仪(编号: GL0102), 测量元素通道有Fe基、Cu基、N基, $U_{rel}=10\%$, 且经校准, 其示值误差应符合JJG768-2005《发射光谱仪检定规程》要求。

三. 测量环境条件

试验现场温度应在 $10^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 范围内。

四. 操作者技能

测量过程的使用者应经过相关内容的培训后上岗。

五. 测量过程的计量特性

见附件1: 测量不确定度评定报告

六. 测量过程的有效性确认

只有当测量过程的计量特性符合测量过程的计量要求时, 才能确认该测量过程有效。

见附件2: 高度控制测量过程有效性确认报告

七. 测量过程运行中的监控

本测量过程投运后, 对运行中的状态, 严格按照《GLCN-311-19移动式光谱分析仪作业指导书》进行测试、测试结果的处理、维护保养等, 确保测量过程始终处于可控状态。

见附件3: 高度控制测量过程监控记录

附件4: 《GLCN-311-19移动式光谱分析仪作业指导书》

八. 测量过程的日常维护

8.1 对测量过程中所使用的测量设备应按规定的時間间隔进行计量确认, 确保其合格有效;

8.2 测量设备的使用者在使用前应对其状态是否正常进行确认;

8.3 测量环境应满足测量设备的使用要求;

8.4 当测量设备的计量特性不能满足测量设备的计量要求时, 应调整或更换测量设备, 并对测量过程重新进行有效性确认。

编制: 张建州 2021/3.19

批准/日期:

2021.3.19



金属材料元素测量结果的不确定度评定报告

测量不确定度报告

设备名称	移动式合金光谱仪	设备型号	SPECTROTEST	设备编号	GL0102
使用的检测/校准方法	GB/T11170-2008 不锈钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法（常规法）				
检测/校准环境	19.6℃/57%RH		检测人	赵杰	
设备的测量不确定度	U rel=10%				

分析测量不确定度的来源:

对试块00MB1205活门（CF8）试块用移动式光谱仪进行各主要元素化学分析，测得Cr元素含量。

1. 根据定义，可以用标准偏差表示的不确定度称为标准不确定度。通过对试样在重复性条件进行 9 次测量后得出 A 类不确定度。设单次 Cr 元素含量测试用 x_i 表示。

(1) 测量结果:

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
x_i	17.93	17.84	17.63	17.68	17.85	17.63	17.69	17.69	17.90

$$(2) \quad \text{计算平均值: } \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = 17.73\%$$

$$(3) \quad \text{单次标准偏差: } S(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.046\%$$

$$\text{标准不确定度: } u_c = S(\bar{x}) = \frac{S(x_i)}{\sqrt{10}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = 0.015$$

2. 2 仪器的测量精度所引入的 B 类不确定度, $u_{rel}(1)$

由仪器的技术说明、检定证书得到仪器 Cr 元素的检出限为 0.005%，按均匀分布考虑评定其标准不确定度 $u_{rel}(1)$

$$u_{rel}(1) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.029\%$$



1. 合成标准不确定度, u_{crel}

$$u_{crel} = \sqrt{u_c^2 + u_{rel}^2(1)} = \sqrt{(0.015)^2 + (0.029)^2} = 0.033\%$$

2. 扩展不确定度 u

取包含因子 $k=2$, 结果为

$$u = ku_c = 2 \times 0.033 = 0.066\%$$

3. 测量不确定度报告

Cr 元素含量 $17.73\% \pm 0.066\%$ 。其中扩展不确定度 $U=0.066$ 是由标准不确定度 $u_{crel}=0.033$ 乘以包含因子 $k=2$ 得到。

(注: 由于数值修约到 00.XX%, Cr 元素含量取其整数, 故 Cr 元素含量应为 $17.73\% \pm 0.07\%$)

分析人: 张建渊

测量不确定度的评估:

因为本次试验各标准不确定度分量相互独立, 互不相关

扩展不确定度 u

取包含因子 $k=2$, 结果为

$$u = ku_c = 2 \times 0.033 = 0.066\%$$

测量不确定度报告

Cr 元素含量 $17.73\% \pm 0.066\%$ 。其中扩展不确定度 $U=0.066$ 是由标准不确定度 $u_{crel}=0.033$ 乘以包含因子 $k=2$ 得到。

(注: 由于数值修约到 00.XX%, Cr 元素含量取其整数, 故 Cr 元素含量应为 $17.73\% \pm 0.07\%$)

评估人: 赵杰

结论:

测量结果不确定度评定结果有效。

技术负责人审核: 张燕

实验室主任批准: 刘丰年

日期: 2021/4/25

日期: 2021/4/25



扫描全能王 创建

高度控制测量过程有效性确认报告

部门：质量技术部

测量过程名称		金属元素含量测定方法	
试验测量要求		和各类材料标样进行对比	测量要求依据 GB/T 4336 - 2016 GB/T 11170-2008 YS/T482-2005
测量过程规范要求	控制要素	现场确认	
	测量设备	移动式合金光谱分析仪(编号: GL0102), 测量元素通道有 Fe 基、Cu 基、N 基级, 已确认合格。	
	测量程序/方法	GB/T 4336 - 2016 碳素钢和中低合金钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法) GB/T 11170-2008 不锈钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法) YS/T482-2005 铜及铜合金分析方法光电发射光谱法	
	实验室	试验现场温度 10-30℃	
	测量软件	无	
	操作者能力	经过相关内容的培训, 取得光谱分析理化证书经现场操作观察, 达到应具备的技能。	
	其他影响量	无	
测量不确定度		对试块00MB1205活门(CF8)试块用移动式光谱仪进行各主要元素化学分析, 测得Cr元素含量 (17.73%±0.07%) , k=2	
有效性确认结果		测量结果满足强度试验测量要求, 该测量过程有效。	
确认记录: 查看了 GB/T 11170-2008 不锈钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法)的测量要求和相应的测量不确定度评定报告以及现场实际试验情况, 符合测量过程规范要求, 有效性确认结果正确。			

确认人:



日期:

2021.5.20



扫描全能王 创建

GLCN-219-02 REV: B/2

名 称	移动式光谱分析仪	规格型号	SPECTROTEST
设备编号	GL0102	生产单位	德国 SPECTRO
核 查 人	张建渊	环境条件	23.6°C/ 53%rh

核查记录:

对 GSB 03-2674-2011 光谱校正样品中的铬(Cr) 进行 5 次测量,

测量数据如下:

元素	1	2	3	4	5	平均值	光谱校正样品标准值
锰(Mn)%	22.13	22.20	22.18	22.24	22.27	22.20	22.25

光谱仪仪器的最大允许误差 $\Delta=0.066$

$$En = |(X1-X)/\Delta| = 0.75$$

核查结论

因计算得出的 En 值为 0.75, 小于 1, 合金光谱分析仪维持了校准时的准确度。

2022 年 7 月 12 日

