**测量不确度的评定报告**

1 、评定对象

铜精矿中铜含量分析测量过程。

2 、评定方法

执行《测量不确定评定流程》，采用简化的方法评定碘量法测定铜

精矿中铜含量分析测量过程的测量不确定度。

3 、测量方法

执行GB/T3884.1 《铜精矿化学分析方法----铜量的测定》。

4 、测量标准

|  |  |
| --- | --- |
| 铜含量% | 允许差% |
| 13.00～17.00 | 0.20 |
| ﹥17.00～21.00 | 0.22 |
| ﹥21.00～26.00 | 0.24 |
| ﹥26.00～31.00 | 0.26 |
| ﹥31.00～36.00 | 0.28 |
| ﹥36.00～41.00 | 0.30 |
| ﹥41.00～50.00 | 0.32 |

注 :参照GB/T 3884.1 测量方法中的允差。

5 、标准不确定度来源和计算

用分度值0.1mg、最大允差为±0.1 mg 的电子天平称取铜精矿样品 0.2500g，加浓盐酸、硝酸溶解样品，加溴素除硫，蒸至近干，吹水煮沸， 用乙酸- 乙酸氨缓冲溶液调节PH 值，饱和氟化氢氨溶液掩蔽铁，以浓度 为0.04008 ±0.00006mol/L 的硫代硫酸钠作为标准溶液，可溶性淀粉溶 液作指示剂，硫氰酸钾溶液作解吸剂， 用50ml 的A 级滴定管准确滴定， 消耗标准溶液40.00ml，所用试剂含铜很低，不予考虑。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铜元素的相对原子质量的误差、 称取样品的天平误差、样品的均匀性误差及处理过程带来的误差、滴定 时所使用的滴定管本身误差及读数的误差和标准溶液浓度的误差。不确 定度评定过程具体如下：

被测量样品中铜的含量，其计算数学模型：

式中：Cu %——样品中铜的含量（%）；

100——结果表达为百分含量的换数系数；

M——铜元素的相对原子质量；

C——硫代硫酸钠标准溶液的浓度（mol/L）；

V——滴定时标液消耗的体积（ml）；

m——样品的称样量（g）。

各分量不确定度的评定：

5.1 铜元素的相对原子质量的不确定度分量：

查表得：Ar （Cu）=63.54(6)

所以其标准不确定度为 :

u [Mr (Cu)] = = 0.006

相对标准不确定度u ′[Mr (Cu)为：

u¹ [Mr (Cu)= u [Mr (Cu)]/ Ar （Cu）= 0.006/63.54=0.000094

 5.2 样品称样量的不确定度分量：

5.2.1 m 的测量重复性引入的标准不确定度分量uA （m ）：

事先对样品质量m 进行n=10 次重复测量，测量数据为：0.2501 、 0.2502 、0.2500 、0.2501 、0.2499 、0.2498. 、0.2500 、0.2501 、0.2502 、

0.2499。采用贝塞尔公式计算其标准偏差，标准不确定度等于1 倍的标

准偏差：

uA（m ）=

5.2.2 测量不准引入的标准不确定度分量uB （m ）：

所使用的电子天平的最大允许误差为±0.1mg，则其区间半宽度a1(m) =0.2mg ，m 测量值落在该区间的概率分布为均匀分布， 包含因子为k(m)

=  。则其标准不确定度uB （m ）：

uB （m ）= a1 (m)/ k(m)=

 = 0.00012g

5.2.3 样品称样量m 的测量的合成标准不确定度uC （m ）：

不确定度分量uA（m ）、uB（m ）二者相互独立， 因此m 的合成标准不 确定度uC （m ）可以采用方和根方法合成：

uC（m ）=

=0.00018g

其相对标准不确定度：

 =0.00072

5.3 标准溶液消耗体积的不确定度分量：

5.3.1 滴定管允差引起的不确定度分量uB1（V）

根据滴定管检定规程《JJG196 常用玻璃器具》，50ml 的A 级滴定管允 差为±0.05ml。则其区间半宽度为a1 (V) = 0.05ml,读数时其服从三角分

′

布，包含因子k1 (V) = ,则其标准不确定度uB1 （V）为：

uB1 （V）=a1 （V）/ k1 （V）= =0.020ml

5.3.2 温度系数引起的不确定度分量uB2 （V）

设测量环境温度为20±4℃，标液的体积膨胀系数远远大天玻璃膨胀 系数，因此只需考虑标液的体积膨胀系数，其体积膨胀系数为2.1× 10-4/℃,其体积变化为±V ·△t×2.1×10-4= 50×4×2.1×10-4/ = ± 0.042ml， 则区间半宽度a2 (V)= 0.042ml， 设为均匀分布， 包含因子k2 (V) =。

标准不确定度uB2 （V）为：

uB2 （V）= a2 (V)/ uB2（V）= =0.024ml

5.3.3 读数引起的不确定度分量uA （V）

对滴定管重复读数产生的不确定度，用A 类方法评定。即通过10 人次读 同一消耗体积，其读数为：40.00 、39.98 、40.01 、40.00 、40.02 、39.98 、39.99 、39.99 、40.00 、40.01。采用贝塞尔方法计算标准偏差，标准不确定度uA（V）等于1 倍的标准偏差：

uA（V）= S（V）=

5.3.4 体积合成标准不确定度uc （V）

因为体积测量的3 个不确定度分量是互相独立的，则其合成标准不 确定度采用方和根方法合成：

uA（V）= 

= =0.034

相对标准不确定度 u （V） 为：

 U （V）=uc（V）/V= =0.00085

5.4 标准溶液浓度不确定度分量：

标准溶液浓度C 的区半宽度a = 0.00006mol/L， 其服从均匀分布，包含因子为k = ，标准溶液浓度的不确度uc（C） 为：

uc（C）===0.000034mol/L

相对标准溶液浓度 :

 =uc（C）/C= =0.00084

5.5 样品均匀性及处理过程的不确定度分量：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 份数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 均值 |
| 1 | 24.76 | 24.70 | 24.80 | 24.73 | 24.78 | 24.75 | 24.74 | 24.79 | 24.77 | 24.76 |
| 2 | 24.72 | 24.72 | 24.76 | 24.77 | 24.75 | 24.75 | 24.69 | 24.80 | 24.70 | 24.74 |
| 3 | 24.69 | 24.78 | 24.78 | 24.79. | 24.76 | 24.70 | 24.80 | 24.80 | 24.78 | 24.76 |
| 4 | 24.68 | 24.80 | 24.78 | 24.72 | 24.72 | 24.72 | 24.79 | 24.76 | 24.76 | 24.75 |
| 5 | 24.81 | 24.80 | 24.71 | 24.70 | 24.79 | 24.81 | 24.73 | 24.76 | 24.79 | 24.77 |
| 6 | 24.82 | 24.80 | 24.75 | 24.75 | 24.81 | 24.86 | 24.83 | 24.77 | 24.80 | 24.80 |
| 7 | 24.80 | 24.75 | 24.70 | 24.66 | 24.67 | 24.78 | 24.81 | 24.71 | 24.79 | 24.74 |
| 8 | 24.77 | 24.77 | 24.70 | 24.79 | 24.81 | 24.69 | 24.68 | 24.66 | 24.80 | 24.74 |
| 9 | 24.75 | 24.76 | 24.79 | 24.66 | 24.69 | 24.68 | 24.69 | 24.70 | 24.80 | 24.72 |
| 10 | 24.69 | 24.76 | 24.66 | 24.67 | 24.80 | 24.70 | 24.69 | 24.79 | 24.70 | 24.72 |

由于样品的均匀性及处理过程的不确定度分量评定， 都必需应用到 滴定检测过程， 所以在此将管理样分成10 份，每份测定9 次，将10 个 平均值采用贝塞尔方法计算标准偏差，标准不确定度uA（H）等于1 倍的标准偏差：

uA（H）= S（H）=

相对标准不确定度  ：



5.6 碘量法测定铜的合成不确定度：

碘量法测定铜的5 个相对标准不确定度分量u¹ [Mr (Cu)] 、u¹C（m ）、u¹ c（V）、u¹c（C）、uc¹（样） 是独立的， 则其相对标准不确定度采用方

和根方法计算。合成相对标准不确定度u¹c（Cu） 为：

=

=0.0017

合成标准不确定度uc（Cu）为：

uc （Cu）= u(Cu) ×Cu%

=0.0017× ×100=0.07%

5.7 碘量法测定铜的扩展不确定度 U（Cu）：

U（Cu）= k·uc （Cu）= 2×uc （Cu）= 0.14% ， k95 = 2

6 、测量结果表示

Cu(%) = (24.75±0.14)%

编制人：范文佳 编制日期：2020年10月27日