****

**粉煤灰细度试验测量不确定度评定与报告**

一、前提：

按照GB/T1345-2005采用0.045mm方孔筛对粉煤灰试样进行筛析试验，用筛余的质量百分数来表示粉煤灰的细度，结果精确至0.1%。

1、设备：1）水泥负压筛析仪:规格型号FYS-150,负压可调范围4000Pa～6000 Pa；

2）电子天平：量程200g，分度值0.01g，示值误差+0.01g，示值误差扩展不确定度0.03mg，k=2。

3）水泥细度标准样品：0.045mm方孔筛筛余量：14.27%；

4）粉煤灰：F类Ⅱ级，细度≤30.0%。

2、测量过程：1）称取F类Ⅱ级粉煤灰试样10g，置于0.045mm试验筛中，开动筛析仪连续筛析180s，筛毕，用天平称量全部筛余物。重复试验5次。

2）称取水泥细度标准样品10g，置于0.045mm试验筛中，开动筛析仪连续筛析180s，筛毕，用天平称量全部筛余物。重复试验5次。

二、分析：

1、建立测量过程的数学模型

在负压4000Pa～6000Pa条件下，粉煤灰细度的数学模型为

$$F=C\frac{R\_{t}}{W}=\frac{F\_{s}}{F\_{t}}\frac{R\_{t}}{W}=\frac{14.27\%}{^{R^{'}}/\_{W^{'}}}\frac{R\_{t}}{W}=14.27\%\frac{W^{'}}{R^{'}}\frac{R\_{t}}{W}$$

其中：C—试验筛修正系数，计算至0.01；

Rt—粉煤灰试样筛余物的质量，g ；

W—粉煤灰试样的质量，g ；

$F\_{s}$—水泥细度标准样品0.045mm方孔筛筛余量；

$F\_{s}$—水泥细度标准样品在试验筛上的筛余值，%；

$W^{'}$—水泥细度标准样品，g ；

$R^{'}$—水泥细度标准样品筛余物的质量，g ；

2、被测量的最佳估计值

1）5组F类Ⅱ级粉煤灰试样的筛余量见表1；

表1 5组F类Ⅱ级粉煤灰试样的筛余量值表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 筛余量/g | 2.36 | 2.39 | 2.37 | 2.38 | 2.40 |
| 平均值/g | 2.38 |

由表1可知，粉煤灰试样筛余物质量平均值$\overbar{R\_{t}}$=2.38g，标准差St=0.016g。

2）5组水泥细度标准样品的筛余量见表2；

表2 5组水泥细度标准样品的筛余量值表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 筛余量/g | 1.43 | 1.47 | 1.45 | 1.46 | 1.43 |
| 平均值/g | 1.448 |

由表2可知，水泥细度标准样品的筛余质量平均值$\overbar{R^{'}}$=1.448g，标准差St=0.018g。

由此计算得出粉煤灰试样的细度最佳估计值:

$$F=14.27\%\frac{W^{'}}{R^{'}}\frac{R\_{t}}{W}=14.27\%×\frac{10}{1.448}×\frac{2.38}{10}=23.5\%$$

3、粉煤灰细度测量结果的不确定度的来源分析

经过分析，对于粉煤灰细度测量不确定度的来源包括：

1）粉煤灰试样重复性和不均匀性引起的不确定度分量：uA($R\_{i}$)；

2）水泥细度标准样品重复性和不均匀性引起的不确定度分量：uA($R\_{i}^{'}$)；

3）电子天平示值误差引起的不确定度分量：分别为称量10g粉煤灰试样质量不确定度uB(w)、10g水泥细度标准样品质量不确定度uB($w^{'}$)、粉煤灰试样筛余物质量不确定度uB($R\_{ti}$)、水泥细度标准样品筛余物质量不确定度uB($R\_{i}^{'}$)；

4）数值修约引起的不确定度分量：u(Si)、u()；

5）负压筛析仪的负压不确定度分量u(P)。根据规范规定，负压筛析仪的负压控制在4000Pa～6000Pa之间，检测过程中控制在5000Pa左右，因此，负压筛析仪的负压不确定度不予考虑，即u(P)=0。

三、标准不确定度分量评定

针对输入量$W\_{i}、W\_{i}^{'}$、$R\_{ti}$、$R\_{ti}^{'}$、输出量F分别进行不确定度的评定

1、输入量$W\_{i}$不确定度的评定

B类评定：输入量$W\_{i}$的不确定度主要由电子天平的示值误差引起，查电子天平检定证书，其示值误差绝对值为0.01g,按均匀分布计算k取$\sqrt{3}$，电子天平示值误差引起的标准不确定度uB(W)=0.01g/$\sqrt{3}$=5.77×10-3g；

由于每次称量粉煤灰试验质量为10g，则其相对不确定度urel($W\_{i}$)=$ $5.77×10-3g÷10g=5.77×10-4；

2、输入量$W\_{i}^{'}$不确定度的评定

同上，urel($W\_{i}^{'}$)= 5.77×10-4；

3、输入量$R\_{ti}$不确定度的评定

A类评定：根据表1，由贝塞尔公式计算得出试验标准偏差St=0.016g，考虑到日常检测中，根据GB/T1345-2005，只对同一试样进行一次测量，所以其标准不确定度u1($R\_{ti}$)= St/$\sqrt{1}$=0.016g；

B类评定：同理，电子天平的示值误差引起的不确定度uB($R\_{ti}$)= 0.01g/$\sqrt{3}$=5.77×10-3g；

由于u1($R\_{ti}$)与uB($R\_{ti}$)相互独立，所以u$(R\_{ti})$=$\sqrt{u\_{1}^{2}\left(R\_{ti}\right)+u\_{B}^{2}(R\_{ti})}=0.0170g$；又因5次F类Ⅱ级粉煤灰试样的筛余量平均值$\overbar{R\_{t}}$=2.38g，其相对不确定度urel($R\_{ti}$)=0.0170÷2.38=7.14×10-3；

4、输入量$R\_{ti}^{'}$不确定度的评定

A类评定：同理，根据表2，由贝塞尔公式计算得出试验标准偏差St=0.018g，其标准不确定度u1($R\_{ti}^{'}$)= St/$\sqrt{1}$=0.018g；

B类评定：同理，电子天平的示值误差引起的不确定度uB($R\_{ti}^{'}$)= 0.01g/$\sqrt{3}$=5.77×10-3g；

由于u1($R\_{ti}^{'}$)与uB($R\_{ti}^{'}$)相互独立，所以u$(R\_{ti})$=$\sqrt{u\_{1}^{2}\left(R\_{ti}^{'}\right)+u\_{B}^{2}(R\_{ti}^{'})}=0.0189g$；又因5次水泥细度标准样品的筛余量平均值$\overbar{R^{'}}$=1.448g，其相对不确定度urel($R\_{ti}^{'}$)=0.0189÷1.448=1.31×10-2；

5、输出量F不确定度的评定

在日常检测中，根据GB/T1345-2005，一般取2个平行试验样分别测量1次细度筛余值，取其平均值(精确至0.1%)作为粉煤灰的细度筛余值的测定值，同时2个平行试样的细度筛余值亦精确至0.1%。数值的修约会影响检测结果，一般呈矩形分布，k=$\sqrt{3}$。

针对每个试样的细度筛余值，修约间隔为0.1%时，置信区间半宽为0.05%，则其不确定度u(Fi)=0.05%÷$\sqrt{3}$=2.89×10-4；同理，针对平均细度筛余值，其不确定度u(F)= 0.05%÷$\sqrt{3}$=2.89×10-4。

四、合成标准不确定度及扩展不确定度

1、由于样品的各输入量$W\_{i}、W\_{i}^{'}$、$R\_{ti}$、$R\_{ti}^{'}$、输出量F所引起的不确定度彼此独立互不相关，因此，由正式计算合成标准不确定度：

uc(F)=$\sqrt{\frac{1}{2}(u\_{rel}^{2}\left(W\_{i}\right)+u\_{rel}^{2}\left(W\_{i}^{'}\right)+u\_{rel}^{2}\left(R\_{ti}\right)+u\_{rel}^{2}\left(R\_{ti}^{'}\right))×F^{2}+2u^{2}\left(F\_{i}\right)+u^{2}\left(F\right)}$

=0.25%

2、在通常检测中，一般取k=2，则扩展不确定度U= uc(F)×k=0.5%

五、测量不确定度报告

该粉煤灰细度的试验结果表示为：F=23.5%，U=0.5%，k=2。