

水质 悬浮物的测定 重量法 GB/T11901-1989

不确定度评定

1 材料与方法

1.1 材料、仪器和试剂

DHG-9140A 电热鼓风干燥箱：上海一恒，201903021GJ；

不锈钢 316L 及 GM-1.0A 多联过滤器及隔膜真空泵：201903072G；

水为实验室自制去离子水(电阻 18MΩ 以上)。

1.2 测定依据

水质 悬浮物的测定 重量法 GB/T11901-1989

1.2.1 概述

水质中的悬浮物是指通过孔径 0.45μm 的滤膜，截留在滤膜上并于 103-105℃烘干至恒重的固体物质，烘干后增加的重量为悬浮物。

1.2.2 样品的采集

用采样瓶采集500~1000ml具有代表性的样品，盖严瓶塞。

1.2.3 测定步骤

量取充分混和均匀的试样 100ml 抽吸过滤。是水分全部通过滤膜。再以每次 10mL 蒸馏水连续洗涤三次。继续吸滤以出去痕量水分。停止吸滤后，仔细取出载有悬浮物的滤膜放在原恒重的称量瓶里，移入烘箱中于 103-105℃下烘干一小时后移入干燥器中，冷却到室温，称其重量。反复烘干，冷却称量直至两次称量的重量差≤0.4mg 为止。

注：一般以 5-100mg 悬浮物量作为量取试样体积的实用范围。

2 不确定度的评估

2.1 数学模型

悬浮物含量 C(mg/L)按下式计算：

$$C = \frac{(A - B) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：C-水中悬浮物浓度，mg/L

A-悬浮物+滤膜+称量瓶重量，g

B-滤膜+称量瓶重量，g

V-试样体积，mL

2.2 不确定度主要来源分析

因试样中悬浮物的浓度为使用天平称量求得, 根据检测过程和数学模型, 忽略测定方法定义、公式常数的影响, 针对检测方法的测量不确定度(以相对不确定度表示)的主要来源有: 重复测定引入的不确定度 $u_{rel}(A)$ (每次重复测定从取样开始到测定完毕, 故该分量包括了取样、转移等操作引入的不确定度的随机性分量, 以及样品均匀性和仪器最小分辨率(变动性)的影响)以及样品处理中引入的不确定度 $u_{rel}(B)$ 。根据公式和测定过程推断其余各个分量相互独立, 采用总的相对不确定度合成公式如下(因所评定的各不确定度分量全部直接贡献到浓度的不确定度即最终测定结果的不确定度, 灵敏系数均为 1, 计算中予以忽略):

$$u_{rel}(X) = \sqrt{u_{rel}^2(A) + u_{rel}^2(B)}$$

2.3 不确定度各分量的计算

2.3.1 测量重复性引入的不确定度 $u_{rel}(A)$

样品进行 6 次重复测量, 利用计算公式进行计算。所得结果 27、24、26、27、22、24mg/L 6 次测量的标准偏差 $s = \sqrt{\frac{\sum(c_i - \bar{c})^2}{n-1}} = 2\text{mg/L}$, 平均值 $\bar{c}$ 为 25mg/L。

由水样重复测定对测得值引入的相对不确定度为:

$$u_{rel}(A) = \frac{s}{\sqrt{n} * \bar{c}} = 2/\sqrt{6}/25 * 100\% = 3.27\%$$

2.3.2 电子天平称量引入的不确定度 $u_{rel}(B_1)$

电子天平经查校准证书, 0~50g 最大允许误差为 $\pm 0.5\text{mg}$, 按均匀分布, 包含因子 $k=\sqrt{3}$, 本次实验样品重量平均值为 0.0025g, 则相对不确定度为 $0.0005/0.0025/\sqrt{3} * 100\% = 11.5\%$

2.3.3 水样取样体积引入的不确定度 $u_{rel}(B_2)$

100ml 量筒引入的不确定度由 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》查得 100ml 量筒的允差为 $\pm 1.0\text{ml}$, 按均匀分布考虑, $k=\sqrt{3}$, 则由量筒引入的标准不确定度为 0.58%;

2.4 计算合成不确定度

测定合成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(C) = \sqrt{u_{rel}^2(A) + u_{rel}^2(B_1) + u_{rel}^2(B_2)} = \sqrt{3.27\%^2 + 11.5\%^2 + 0.58\%^2} = 12.0\%$$

标准不确定度为: $u(C) = u_{rel}(C) \times \bar{c} = 12.0\% \times 25\text{mg/L} = 3\text{mg/L}$

2.5 计算扩展不确定度

不确定度各分量按正态分布处理，取包含因子 $k=2$ ，包含概率 $p=95\%$ ，则扩展不确定度为：

$$U = k \times u(C) = 2 \times 3 \text{ mg/L} = 6 \text{ mg/L}$$

2.6 结果报告

测定结果为： $C = (25 \pm 6) \text{ mg/L}$ ， $k=2$ 。

评定人： *zshzh* 2021.05.14