CNAS-GL10

材料理化检测测量不确定度评估指南及实例

Guidance and Illustrations on Evaluating the Measurement Uncertainty

in Physical Testing and Chemical Analysis for Materials

（征求意见稿）

中国合格评定国家认可委员会

前 言

本指南旨在为材料理化检测实验室进行不确定度评估提供指导，其内容在 CNAS-GL10:2006 的基础上，根据国家质量监督检验检疫总局发布的 JJF 1059.1-2012 和 JJF 1059.2-2012 重新进行了编写并补充了新的内容和评定实例，供实验室参考。

本文件编号为 CNAS-GL10:201X，是 CNAS 实验室的指南性文件，只对材料理化检测实验室在实施认可准则时提供指引，并不增加对 CNAS-CL01:2006《实验室能力认可准则》的要求。

本文件的编制得到了宝钢股份中央研究院、江苏省宏晟重工集团有限公司检测中心的大力支持和协助，在此表示感谢。

目 录

引言 4

一、目的与范围 6

二、 规范性引用文件 6

三、术语和定义 6

四、测量不确定度评定的 GUM（Bottom-up）方法 6

4.1 新 GUM 法与旧 GUM 法的主要技术区别 7
4.2 测量不确定度 GUM 评定法中的两种方法 8
4.3 测量不确定度 GUM 法的评定步骤 14

五、测量不确定度评定的蒙特卡罗（MC：Monte Carlo）方法 18

5.1 蒙特卡罗法的实施步骤 18
5.2 蒙特卡罗法的适用范围 19
5.3 GUM 法和蒙特卡罗法的比较 20
5.4 采用蒙特卡罗法评定不确定度需要注意的几个问题 21
5.5 用蒙特卡罗法验证 GUM 法的结果 22

六、测量不确定度评定的 Globe（Top-down）方法 23

6.1 精密度法 23
6.2 精密度法评定方法 24
6.3 精密度法评定示例 25

七、CNAS 对测量不确定度的要求及评定中应注意的一些问题 28

7.1CNAS 对检测实验室测量不确定度的要求 28
7.2 测量不确定度评定中应注意的一些问题 29

附录 A： t 分布在不同概率 p 与自由度 ν 的 $t_p(\nu)$ 值（t 值）表 **..... 41**

附录 B、金属材料力学性能试验检测结果测量不确定度的评估实例 43

B.1、热轧带肋钢筋拉伸性能试验检测结果测量不确定度评定 43
B.2、金属材料维氏硬度试验检测结果测量不确定度的评定 55
B.3、金属材料夏比冲击试验检测结果测量不确定度的评定 62

附录 C、材料化学成分分析结果测量不确定度评定 76

C.1、过硫酸铵氧化容量法测钢中铬的测量不确定度评定 76
C.2、高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定 83
C.3、基于蒙特卡罗法的高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定 88

附录 D、扫描电镜测微米级长度的测量不确定度评定实例 93

附录 E、主要参考文献 98

引言

由于当代高新技术迅猛发展的需要，对各行业实验室检测/校准结果的可靠性要求越来越高，在许多情况下除了要获得检测或校准结果而外，还要求知道检测或校准结果的测量不确定度。国际实验室认可合作组织（International Laboratory Accreditation Cooperation，简称 ILAC）、亚太实验室认可合作组织（简称 APLAC）、中国合格评定国家认可委员会（简称 CNAS）都对实验室体系运行中检测结果的测量不确定度评定和应用提出了新的要求。

在国际上，1986 年由国际标准化组织（ISO）、国际电工委员会（IEC）、国际法制计量组织（OIML）、国际计量局（BIPM）、国际临床化学联合会（IFCC）、国际理论及应用化学联合会（IUPAC）、国际理论及应用物理联合会（IUPAP）组成了国际不确定度工作组，经过 7 年的努力，直到 1993 年，制定了《测量不确定度表示指南》（Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement）(简称 93 版 GUM)。1995 年修订，国际上公认的“测量不确定度表示指南” 公布于世（简称 95 版的 GUM），并得到了广泛的应用和发行。我国也于 1999 年批准发布了 JJF1059-1999《测量不确定评定与表示》的计量技术规范。95 版的 GUM 在应用了 13 年后，在 2008 年由上述的国际标准化组织（ISO）等 7 个国际组织再加上国际实验室认可合作组织（ILAC）等 8 个国际组织共同发布了 ISO/IEC 导则 98-3:2008 《 Guide to the Expression of Uncertaintyin Measurement》 （测量不确定度表示指南，简称 2008 版 GUM)。我国国家质量监督检验检疫总局组织修订了 JJF1059－1999 标准。为此，新规范 JJF1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》(于 2012 年 12 月 3 日发布，2013 年 6 月 3 日实施)、另外 JJF1059.2-2012 《用蒙特卡罗法评定测量不确定度》 (于 2012 年 12 月 21 日发布，2013 年 6 月 21 日实施） 、JJF1059.3 《测量不确定度在合格评定中的使用原则》也即将发布。新版的 JJF 1059.1 和 JJF 1059.2 与 JJF1059-1999 相比最大的不同是对原有规范不适用的情况，如输出量的概率密度函数（PDF）较大程度地偏离正态分布或 *t* 分布，例如分布明显不对称的场合[如最适合表达疲劳寿命分布规律的韦伯（威布尔）分布或伽玛分布（皮尔逊第III型分布）就是非对称形的分布] 。在这种情况下，可能会导致对包含区间或扩展不确定度的估计不切实际。另外，不宜对测量模型进行线性化等近似的场合等情况导致了 1995 版的 GUM 方法所确定的输

出量的估计值和标准不确定度可能会变得不可靠。于是，可以采用蒙特卡罗法进行概率分布的传播，扩大了测量不确定度评定与表示的适用范围。这就是 MC 法（Monte Carlo 法），即蒙特卡罗法。国际计量学术语也相应提出了许多关于不确定度的新术语，例如：定义的不确定度，仪器的不确定度，目标不确定度、零的测量不确定度等。另外，目前欧美流行的 Top-down，即自上而下或自顶向下的方法，也是流行的方法之一。我国制定发布的 GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》就是采用自上而下的方法评定测量不确定度。

由于材料理化检测项目中绝大多数输入量和输出量的概率密度函数都属于对称型的，所以在材料理化检测的测量不确定度评定工作中 GUM 法是基本而主要的，为此本指南重点描述 GUM 法。

一、目的与范围

本指南给出了材料理化检测中评估和表述测量不确定度的指南及实例。本指南适用范围为材料（主要是金属材料）机械性能检测、化学成分分析、材料物理性能检测等结果的测量不确定度评定和表述。

二、规范性引用文件

下列文件对于本指南文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement - Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)（导则 98 测量不确定度-第三部分:测量不确定度表示指南，以下简称 2008 版 GUM)

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJF 1059.2-2012 用蒙特卡罗法评定测量不确定度

GB/T 27411-2012 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示

三、术语和定义

本指南文件中关于不确定度的术语和定义见 JJF 1059.1-2012《测量不确定度的评定及表示》和 JJF 1059.2-2012《用蒙特卡洛法评定测量不确定度》；关于计量学通用名词术语和定义见 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》；关于实验室质量控制的术语和定义见 GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》。

四、测量不确定度评定的 GUM（Bottom-up）方法

JJF 1059-1999《测量不确定度评定与表示》是原则上等同采用国际 1993 版 GUM 而制定。而 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》是根据十多年来我国贯彻 JJF 1059-1999 的经验及最新国际标准，即 2008GUM 而制定。这种方法可称之为 Bottom-up 方法，即从下而上或自底向上的方法。它是基于对检测/校准的全过程进行全面、系统分析的基础上，识别出每个引起不确定度的来源，并且对每个分量加以评定，通过统计学或其他方法，包括从仪器设备的检定或校

准证书、文献资料、器具或产品性能规格证书等收集并处理数据，评定出每一个不确定度因素所引起的不确定度分量，也包括每一操作环节所涉及的不确定度分量，然后根据不确定度传播规律进行合成、扩展，得到最后的结果——扩展不确定度。这种方法必须熟悉检测/校准过程，仔细分析，注重细节，因素不能重复，也不能遗漏，重要因素不能忽略，方能得到可靠的结果。

应该指出，GUM 方法是当前国际各个行业通行的观点和方法，可以用统一的准则对测量结果及其质量进行评定、表示和比较。在我国实施与国际接轨的测量不确定度评定以及测量结果包括其不确定度的表示方法，不仅是不同学科之间交往的需要，也是全球市场经济发展的需要。

4.1 新GUM法与旧GUM法的主要技术区别

与旧 GUM 法（JJF 1059-1999）相比，新 GUM 法（JJF 1059.1-2012）主要修订的技术内容包括：

1）所用术语采用 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》中的术语和定义。如更新了“测量结果”及“测量不确定度”的定义，增加了“测得值”、“测量模型”、“测量模型的输入量”和“输出量”，并以“包含概率”代替了“置性概率”等；本规范还增加了一些与不确定度有关的术语，如“定义的不确定度”、“仪器的测量不确定度”、“零的测量不确定度”、“目标不确定度”等。

2）对适用范围作了补充，明确指出：JJF 1059.1-2012 主要涉及有明确定义的、并可用唯一值表征的被测量估计值的不确定度，也适用于实验、测量方法、测量装置和系统的设计和理论分析中有关不确定度的评定与表示。JJF 1059.1-2012 的方法主要适用于输入量的概率分布为对称分布、输出量的概率分布近似为正态分布或 t 分布，并且测量模型为线性模型或可用线性模型近似表示的情况。当本规范不适用时，可考虑采用 JJF 1059.2-2012《用蒙特卡罗法评定测量不确定度》进行不确定度评定。本规范的方法（GUM 法）的评定结果可以用蒙特卡罗法进行验证，验证评定结果一致时仍然可以使用 GUM 法进行不确定度评定。因此，本规范仍然是最常用和最基本的方法。

3）在 A 类评定方法中，根据计量的实际需要，增加了常规计量中可以预先

评估重复性的条款。

4）合成标准不确定度评定中增加了各输入量间相关时协方差和相关系数的评估方法，以便规范处理相关的问题。

5）弱化了给出自由度的要求，只有当需要评定U_p或用户为了解所评定的不确定度的可靠程度而提出要求时才需要计算和给出合成标准不确定度的有效自由度ν_{eff} 。

6）JJF 1059.1-2012 从实用出发规定：一般情况下，在给出测量结果时报告扩展不确定度U 。在给出扩展不确定度U时，一般应注明所取的 k 值。若未注明 k 值，则指 k=2 。

7）增加了第 6 章：测量不确定度的应用，包括：校准证书中报告测量不确定度的要求，实验室的校准和测量能力表示方式等。

8)取消了原规范中关于概率分布的附录,将其内容放到 B 类评定的条款中。

9）增加了附录 A:测量不确定度评定方法举例。附录 A.1 是关于 B 类标准不确定度的评定方法举例；附录 A.2 是关于合成标准不确定度评定方法的举例；附录 A.3 是不同类型测量时测量不确定度评定方法举例，包括量块的校准、温度计的校准、硬度计量、样品中所含氢氧化钾的质量分数测定和工作用玻璃液体温度计的校准五个例子，前三个例子来自 GUM。目的是使本规范的使用者开阔视野，更深入理解不同情况下的测量不确定度评定方法，例子与数据都是被选用来说明 JJF 1059.1-2012 的原理的，因此，不必当作实际测量的叙述，更不能用来代替某项目具体校准中不确定度的评定。

4.2测量不确定度GUM评定法中的两种方法

对于从事材料理化检测的检测实验室，GUM法是广泛采用的评定方法。由于检测项目繁多，检测方法也很多，各种参数和方法都具有各自的特点，检测条件和试样情况都各不相同。因此如何具体应用有广泛适应性和兼容性的不确定度评定指南GUM（或JJF1059.1-2012）来正确评定检测结果的不确定度，具有一定难度。

经大量试验研究表明，为提高测量不确定度评定的可靠性，就评定方法而言

对材料不同的检测参数和不同的检测方法应该采用不同的评定方法。现以金属材料的力学性能参数检测为例，阐明直接评定法和综合评定法的应用。结果表明，综合评定法能满意解决金属材料理化检测结果测量不确定度评定中的许多难点

4.2.1 直接评定法

对于检测实验室，按照国际不确定度评定指南GUM或我国JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》技术规范对材料理化检测结果进行测量不确定度评定时，一般采用直接评定法进行。所谓直接评定法，就是在试验条件（检测方法、环境条件、测量仪器、被测对象、检测过程等）明确的基础上，建立由检测参数试验原理所给出的测量模型，即输出量Y与若干个输入量X_i之间的函数关系$Y=f(X_1,X_2,...X_N)$［一般由该参数的测试方法标准给出，如果输出量即检测结果的估计值为y，输入量X_i的估计值为x_i，则有$y=f(x_1,x_2,...x_N)$］，然后按照检测方法和试验条件对测量不确定度的来源进行分析，找出测量不确定度的主要来源，以此求出各个输入量估计值$x_1,x_2,...x_N$的标准不确定度，称为标准不确定度分量$u(x_1),u(x_2),u(x_3)$,按照不确定度传播规律，根据测量模型求出每个输入量估计值的灵敏系数$c_i=\frac{\partial y}{\partial x_i}$，再根据输入量间是彼此独立还是相关，还是二者皆存在的关系，进行合成，求出合成不确定度$u_c(y)$，最后根据对置信度的要求（95％还是99％）确定包含因子（k取2还是取3）从而求得扩展不确定度。

现以评定金属材料的力学性能参数为例，如通过对拉伸试验的检测参数(R_{eL},R_P,R_m,A,Z)、弹性模量E以及维氏硬度试验测定HV值所进行的测量不确定度评定，来说明直接评定法的步骤。对于拉伸性能参数，根据拉伸试验方法标准GB/T 228.1-2010，若试样为圆形横截面试样，则强度指标和塑性指标的测量模型分别为：

$$R_{eL}=\frac{F_{eL}}{S_0}=\frac{4F_{eL}}{\pi\bar{d}^2},R_P=\frac{F_P}{S_0}=\frac{4F_P}{\pi\bar{d}^2},R_m=\frac{F_m}{S_0}=\frac{4F_m}{\pi\bar{d}^2}，A=\frac{\bar{L}_u-L_0}{L_0}\times100\%，Z=\frac{S_0-S_u}{S_0}\times100\%$$

所以，对于强度指标(R_{eL},R_P,R_m)，只要分别求出输入量试验力不确定度分量$u(F)$（包括了试样材料的不均匀性、人员测量重复性、试验机误差或不确定度

等因数的影响）、试样直径平均值测量不确定度分量$u(d)$（包括了直径测量重复性、试样加工的不均匀性、所用量具的误差或不确定度等因数的影响）以及强度计算结果修约所引起的不确定度分量$u(R_{rou})$（强度检测的最后结果必须经过数值修约而得到，所以修约也相当于输入）。那么，试验过程中主要的影响因数都已包括在其中。而且试验力和直径的灵敏系数很容易从测量模型求出，它们分别是：$c_F=\frac{\partial R}{\partial F}=\frac{4}{\pi\bar{d}^2}$ 和 $c_d=\frac{\partial R}{\partial \bar{d}}=\frac{-8F}{\bar{d}^3}$ 。况且试验力的测量与试样直径的测量是独立无关的，于是就可根据不确定度传播规律，用方和根的公式：

$u_c{}^2(y)=\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial x_i}\right]^2 u^2(x_i)=\sum_{i=1}^{N}c_i{}^2u^2(x_i)=\sum_{i=1}^{N}u_i{}^2(y)$进行合成。如对于下屈服强度，可得到合成不确定度$u_c{}^2(R_{eL})$，乘上包含因子即得到扩展不确定度。即$U(R_{eL})=ku_c(R_{eL})$，一般取包含因子$k=2$，则区间的包含概率约为95%（95.45%）；需要时$k=3$，区间的包含概率约为99%（99.73%）。

同理也可得到其它强度指标的扩展不确定度。

对于塑性指标断后伸长率A，首先求出输入量L_0和$\bar{L}_u$的不确定度分量$u(L_0)$和$u(\bar{L}_u)$（其中包括了人员测量重复性，标点机、划线机、量具误差等所引入的不确定度分量），然后容易地求出灵敏系数：$c_{\bar{L}_u}$ 和c_{L_0}，测量中由于L_0是由标点机或划线机标出，而$\bar{L}_u$一般是由游标卡尺量得，因此，二者是独立的，也可根据不确定度传播规律，用方和根的公式进行合成，即$u_c^2(A)=c_{L_u}^2u^2(L_u)+c_{L_0}^2u^2(L_0)+u^2(A_{rou})$ 式中第三项是检测结果A的数字修约所引起的不确定度分量，因为修约后才能得到最后结果，所以此项也相当于输入。合成不确定度$u_c(A)$求出后，评定的最后结果就很容易的被得到，即$U(A)=k\times u_c(A)$。

对于维氏硬度，根据GB/T 4340.1-2009标准，维氏硬度测试原理的测量模型为：$HV=0.1891\frac{F}{d^2}$。同理，首先求出两压痕对角线长度d_1和d_2算术平均值d的测量误差引起的不确定度分量；试验力值F的测量误差所引起的不确定度分量；

检测结果进行数值修约所导致的不确定度分量（在前两个分量中当然包括了检测人员测量过程及硬度计测量误差所带来的不确定度分量），然后根据测量模型方便的求出灵敏系数 $c_F=\frac{\partial HV}{\partial F}=0.1891\times\frac{1}{d^2}$ 和 $c_d=\frac{\partial HV}{\partial d}=-2\times0.1891\times\frac{F}{d^3}$ 。 因为 $u(d)$、$u(F)$ 和硬度值数值修约所导致的不确定度分量 $u_{rou}(HV)$ 之间彼此独立不相关，显然，合成标准不确定度可由下式计算：$u_c^2(HV)=c_F^2u^2(F)+c_d^2u^2(d)+u_{rou}{}^2(HV)$ 。合成标准不确定度得到后，扩展不确定度的求得就轻而易举。

注意到，附录B.2.1中维氏硬度不确定度的评定是在试验方法满足国家标准的前提下，采用直接评定法在对各个输入量进行评定时已经考虑到了应该考虑的不确定性因素，如测量压痕对角线长度均值 d 的不确定度分量 $u(d)$ 和试验力值的不确定度分量 $u(F)$，它们已包含了测量人员的重复性、材料的均匀性和稳定性、在满足国家标准要求范围内试验条件的差异、硬度计压痕测量装置的允许误差、硬度计的试验力允许差等对维氏硬度测试结果的影响而导致的不确定度，分量 $u_{rou}(HV)$ 反映了数值修约导致的不确定度。即，所考虑的不确定度来源已充分反映了维氏硬度的测试情况，是检测过程中的主要来源。因此，直接评定法是实用的。至于断面收缩率、弹性模量等参数的测量不确定度评定其原理一样，不再叙述。

十分明显，采用直接评定法，必须具有以下三个前提：a）如果对测量模型中的所有输入量进行了测量不确定度分量的评定，就能包含了测量过程中所有影响测量不确定度的主要因数；b）由试验标准方法所决定的测量模型，能较容易的求出所有输入量的灵敏系数；c）各输入量之间的相关还是独立关系是明确的。这三个前提条件都满足，那么直接评定法是可行的。反之，则无可行性。

本指南附录C材料化学成分分析检测结果测量不确定度评定中直接滴定法和重量法等以及附录B中对工程上常用的钢筋混凝土用热轧带肋钢筋拉伸性能试验检测结果及金属材料维氏硬度等检测结果测量不确定度都用直接法进行了仔细的评定，这些典型实例阐明了直接评定法的原理及具体步骤。

4.2.2 综合评定法

实践表明，在检测实验室的测量不确定度评定中，有的检测项目采用直接评

定法评定其检测结果的测量不确定度，那么会存在以下问题：a）所有输入量的不确定度分量并不能包含影响检测结果所有的主要不确定因素；b）所有或部分输入量的不确定度分量量化困难；c) 有的检测项目由测量模型求某些输入量的灵敏系数十分困难或非常复杂。这时如果仍用直接评定法，那么不仅可靠性低，而且缺乏可操作性。对于这种情况可以采用综合法进行评定。现通过金属材料夏比试样的冲击试验（附录B.3），检测其试样的冲击吸收功 A_{kV} 并对其测量不确定度进行评定，来分析综合评定法的来由和思路。根据试验原理，其测量模型是：$KV = F \times L \times (\cos\beta - \cos\alpha)$，式中 F 为摆锤的重力，N；L 为摆长（摆轴至锤重心之间的距离），mm；α 为冲击前摆锤扬起的最大角度，弧度；β 为冲击后摆锤扬起的最大角度，弧度。这四个输入量计量专业人员在计量定冲击机时，能进行定量检定，然而一般检测人员在对检测结果的测量不确定度评如试样状态（尺寸、粗糙度，特别是缺口状态）、冲击试验机状态（刚度、摆锤、定过程中是无法对这四个输入量进行量化的。况且影响检测结果的因素很多，诸轴线摆锤长度、刀刃尺寸、回零差、底座的跨距、曲率半径及斜度、能量损失等）、试验条件（冲击速度、试样对中、温度等）、试样材质的不均匀性、操作人员的差异等等。因此，根据GUM或JJF 1059.1-2012对金属材料试样进行夏比冲击试验检测结果测量不确定度评定时，如果采用直接法，即根据冲击试验上述的测量模型检，对各个影响因数（即输入量 F, L, α, β）引入的不确定度分量进行评定，再按不确定度传播规律进行合成，最后扩展而得到结果，那么，一方面输入量 F, L, α, β 量化很难准确，而另一 $F, L\alpha, \beta$ 方面有许多重要因数无法考虑进去，如材料的不均匀性、在满足GB/T 229-2007标准前提下试样加工的差异、试验条件（试样对中、冲击速度、温度）的差异等，这些不确定因素对不确定度的贡献无法在分量中计算进去。也就是说上述的a)和b)问题明显存在。所以，如果一定要用直接评定法，那么，这时所得到的结果其准确性和可靠性都较差。因此，为了使冲击试验结果的测量不确定度评定具有可操作性和相当的可靠性，应该采用综合法，此方法的思路是：在试验方法（包括试样的制备和一切试验的操作）满足国家标准（如GB/T 229-2007）、所用设备、仪器和标样也满足国家标准或国家计量检定规程（如对

于冲击试验，其工作冲击试验机满足GB/T 3808-2002标准、冲击标准试样及标准冲击机满足GB/T 18658-2002标准）要求的条件下，综合考虑并评定试验结果重复性（包含了人员、试验机、材质的不均匀性、在满足标准条件下试样加工、试验条件及操作的各种差异等因素）引入的不确定度分量$u(x_1)$、工作试验机误差所引入的不确定度分量$u(x_2)$、检验工作试验机所使用的标准试样偏差所引入的不确定度分量$u(x_3)$、根据GB/T 229-2007和GB/T 8170-2008标准对测量结果进行数值修约所引入的不确定度分量$u(x_4)$。然后再进行合成、扩展，最后得到评定结果。

还有一种情况，就是在理化检测中有的检测项目根据测量模型求取不确定度灵敏系数非常繁琐，以至失去了可操作性，如在金属材料力学性能试验中的布氏硬度检验，根据国家标准GB/T 231.1-2009 的方法原理，其测量模型是：$y = 0.102 \times \frac{2F}{\pi D\left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$，式中$F$为试验力，$D$为压头球直径，$d$为压痕平均直径，$y$为布氏硬度$HBW$，显然不确定度灵敏系数$c_d = \frac{\partial y}{\partial d}$的求取十分繁琐，如果采用直接法进行评定，显然失去了可操作性。

考虑到上述情况，在综合评定法中，测量模型的建立如果用输出量和输入量的估计值来书写，有两种表达方法，

其一是：

$$y = x \tag{4-1}$$

式中：x为被测试样的参数读出值；y为被测试样的参数估计值即测定结果。这对借助于自动化的仪器、设备对材料进行性能参数检测结果测量不确定度评定以及上述用直接评定法存在困难的项目，比如，冲击试验、布氏及洛氏硬度试验、直读光谱分析、等离子光谱等检测项目的测量不确定度评定都可采用这种形式的测量模型。但需注意，上式中的被测试样的参数读出值x往往是由多个影响因数所决定。所以在许多情况下，输入量估计值x又可分解为$x_1 + x_2 + ... + x_N$，因此，此测量模型用估计值表达也可写为：

$$y=\sum_{i=1}^{N}x_i=x_1+x_2+\ldots+x_N \qquad (4\text{-}2)$$

式中：输出量 y 是输入量估计值即检测结果；x_i 是试验过程中各个影响输出量之因数即若干个输入量的若干个估计值。

实际上，测量模型（4-1）式和（4-2）式是一样的。 如对于冲击试验，（4-1）式的 x 包含了试验过程中对检测结果(输出量估计值 y)的四个影响因数，而（4-2）式的 x_i 就直接表示了试验过程中对检测结果(输出量估计值 y)的四个影响因数即四个输入量估计值。这时因为各个输入量估计值的灵敏系数，$c_1=\frac{\partial y}{\partial x_1}=c_2=\frac{\partial y}{\partial x_2}=\ldots=c_N=\frac{\partial Y}{\partial x_N}=1$,即都等于 1。所以，合成不确定度的计算公式是：，$u_c^2(y)=\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial x_i}\right]^2u^2(x_i)=\sum_{i=1}^{N}c_i^2u^2(x_i)=\sum_{i=1}^{N}u_i^2(y)$ 。对于上述的冲击项目，于是有：$u_c^2(A_{kV})=u^2(x_1)+u^2(x_2)+u^2(x_3)+u^2(x_4)$。即 $u_c(A_{kV})=\sqrt{u^2(x_1)+u^2(x_2)+u^2(x_3)+u^2(x_4)}$ 所以欲求的扩展不确定度是：$U=k\times\sqrt{u^2(x_1)+u^2(x_2)+u^2(x_3)+u^2(x_4)}$ 具体的评定过程详见附录中 B.3 金属材料夏比试样冲击实验评定实例。

必须注意，在评定中影响因数不可重复，也不能遗漏，遗漏会使评定结果偏小，重复会导致评定结果偏大。因此遗漏评定要避免，重复评定也要避免，这必须引起足够的重视。

实践表明，对于材料理化检测结果测量不确定度的评定，凡是用直接评定法无法评定的具有一定难度的检测项目，都可有效地应用综合评定法进行评定。而且综合评定法不仅使试验检测结果不确定度的评定具有可行性，而且提高了试验检测结果测量不确定度评定的准确度和可靠性。也就是说，综合评定法能满意解决金属材料理化检测结果测量不确定度评定中的某些难点。

4.3测量不确定度GUM法的评定步骤

测量不确定度的评定可分七个步骤，即：

第一步——概述

将测量方法的依据、环境条件、测量标准（使用的计量器具、仪器设备等）

被测对象、测量过程及其他有关的说明等表述清楚。

第二步——建立测量模型

根据测试方法（标准）原理建立输出量（被测量 y）与输入量（x_1、x_2、.....x_N）间的函数关系，即建立：

$$y = f(x_1, x_2, .. x_N)$$

第三步－－测量不确定度来源的分析

按测量方法和条件对测量不确定度的来源进行分析，以找出测量不确定度的主要来源。

第四步——标准不确定度分量的评定

按照上述所介绍的方法对标准不确定度分量进行评定，建议列表进行汇总，以防止漏项。

第五步－－计算合成标准不确定度

根据输入量间的关系（是彼此独立、还是相关）应用 JJF 1059.1-2012 中公式（23）或公式（24）（对某些问题，二式都可能应用）计算出合成不确定度 $u_c(y)$，并根据 JJF 1059.1-2012 中公式（38）计算有效自由度。

第六步－－扩展不确定度的评定

根据实际问题的需要，计算出扩展不确定度。

第七步－－测量不确定度的报告

按照问题的类型，根据测量不确定度的评定，选择合乎 GUM 或 JJF 1059.1-2012 规定的表示方式，给出测量不确定度的报告。

必须指出，在评定步骤中的第三步——测量不确定度的来源分析尤为重要，这是因为检测过程中引入不确定度的来源是否分析清楚，是顺利、正确、可靠地进行评定的基础。一般在测量过程中，引起测量不确定度的来源，有如下 11 个方面：

1) 对被测量的定义不完整或不完善　如定义被测量是某金属材料在低温条件下的抗拉强度。显然此定义不完整，因定义中的“低温条件”缺乏具体温度，

而温度对金属抗拉强度影响显著，所以定义不完整。如果定义是在-100 ℃条件下的抗拉强度，也不完善，因未指明试验温度的允许偏差。这种定义的不完整或不完善，引入了温度影响的测量不确定度。这时，完整的被测量定义是，某金属材料的低温拉伸试样在-100 ℃±3℃的抗拉强度。

2) 实现被测量定义的方法不理想。在上例中，完整定义的被测量在试验中由于温度实际上达不到定义的要求，如果实际的温度偏差已大于±3℃(包括由于温度的测量本身存在测量不确定度) ，即定义的实现不理想，从而使测量结果引入了不确定度。

3) 取样的代表性不够，即被测量的样本不能完全代表所定义的被测量。如被测量为某批量钢材中化学元素碳、锰、硅、硫、磷的成分或某批量钢材的室温(10～35 ℃) 抗拉强度、屈服强度、断后伸长率。由于实际条件、生产应用、测量方法、设备各方面的客观限制，只能抽取这种材料的一部分（子样）制成样品，然后对其进行测量，那么抽样的不完善、样品的非均匀性……等导致了所抽子样在成分、性能等方面不能完全代表所定义的被测量，则也会引入测量不确定度。

4) 对测量过程受环境影响的认识不全面，或对环境条件的测量与控制不完善。如在水银温度计的检测中，被检温度计和标准温度计都放在同一个恒温槽中进行检测，恒温槽内的温度由同一台温度控制器控制。在实际检测中控制器不可能将恒温槽的温度稳定在一个恒定值，实际的槽温将在一个小的温度范围内往复变化，这样由于标准温度计和被检温度计的温度响应时间常数不同也会引起不确定度。

5) 对模拟式仪器的读数存在人为偏差　模拟式仪器在读取示值时，由于观测者的位置和个人习惯的不同，对同一状态下的读数可能会有差异，这种差异产生了不确定度。

6) 测量仪器的计量性能(如灵敏度、分辨力、鉴别力阈、死区、稳定性等) 上的局限性。如数字仪表的分辨力就是不确定度的来源之一。如果指示装置的分辨力为δx，则所引入的不确定度分量为$u = 0.29\delta x$。

7) 赋予计量标准的值和标准物质的值不准确　。通常的测量是将被测量与测量

标准的给定值进行比较来实现的，因此，标准的不确定度直接引入测量结果。如用天平测量时，测得的质量的不确定度中包括了标准砝码的不确定度。

8) 引用的数据或其他参量的不确定度。在测量中往往会用到一些参量，如线膨胀系数、导电系数、温度系数等，这些参数本身也具有不确定度，它同样引入了测量结果导致了不确定度，也是测量不确定度的来源之一。

9) 与测量方法和测量程序有关的近似性和假定性。如被测量表达式的近似程度、自动测试程序中的迭代程度、电测系统中的绝缘程度、测量方法中某些假设的准确程度等均会引起测量不确定度。

10) 在表面看来完全相同的条件下，被测量重复观测值也会有所变化。在实际测量中，常发现无论如何控制环境条件以及各类对测量结果可能产生影响的因素，而最终测量结果总会存在一定的分散性，即多次测量结果并不完全相等。此现象客观存在，是由一些随机效应所造成，这也是不确定度的来源之一。

11) 若使用经修约过的测量结果，则必要时应考虑修约引起的不确定度分量。

上述不确定度来源，可能相互有关联，如第10)项可能与前面各项有关。对于尚未认识到的系统效应，显然在评定中不可能考虑到，但可能导致测量结果的误差。

需指出，在评定中，经来源分析后要注意抓住主要来源，可从仪器设备、人员重复性、方法、环境、被测量等方面进行分析，对于具体的一个评定项目不一定上述十方面来源都要考虑，只考虑主要因素即可，应不遗漏但也不重复，重复导致不确定度过大，遗漏会导致不确定度过小。特别应抓住对结果影响大的不确定度来源，有些影响小的不确定度来源可不必考虑。

还需指出，在进行第四步标准不确定度分量评定时，按A类和B类不确定度分量进行评定，是指两种不同的方法，并不意味着两类分量实质上有什么差别，不应当称之为“随机不确定度”和“系统不确定度”，必要时可用随机效应导致的不确定度和系统效应导致的不确定度来说明。因为“随机”和“系统”两种因素造成的不确定度，在某些情况下是可以转化的，如当前一种测量结果(量尺厂生产的尺子准确度) 作为后一种测量的输入量(力学性能试验中试样尺寸的测量)时，前一个测量的“随机效应”导致的不确定度分量就转化成了后一测量的“系统效应”导

致的不确定度分量。因此，A类、B类只是数据处理、计算的方法不同而已，绝非性质的不同，它们都是建立在概率分布的基础之上的，只不过A类是用对观测列数据进行统计方法得出的，而B类是根据已有信息进行评定的。两类不确定度间不存在哪一类较为可靠的问题，其可靠性大小由各自自由度的大小来决定。

五、测量不确定度评定的蒙特卡罗（MC：Monte Carlo）方法

蒙特卡罗法即 Monte Carlo Method，简称 MC 法，是一种对概率分布进行随机抽样而进行分布传播的方法。通过对输入量 x_i 的概率密度函数（PDF）离散抽样，由测量模型传播输入量的概率分布，计算获得输出量 Y 的概率密度函数（PDF）的离散抽样值，进而由输出量的离散分布数值获取输出量的最佳估计值、标准不确定度和包含区间。该最佳估计值、标准不确定度和包含区间的可信程度随 PDF 抽样数的增加而提高。图 1 描述的是， 由输入量 x_i 的 PDF，通过模型传播， 给出输出量 Y 的 PDF 的一个过程示意。图中列出了分别为相互独立的正态分布、三角分布和正态分布的 3 个输入量，而输出量的 PDF 显示为分布不对称的情形。

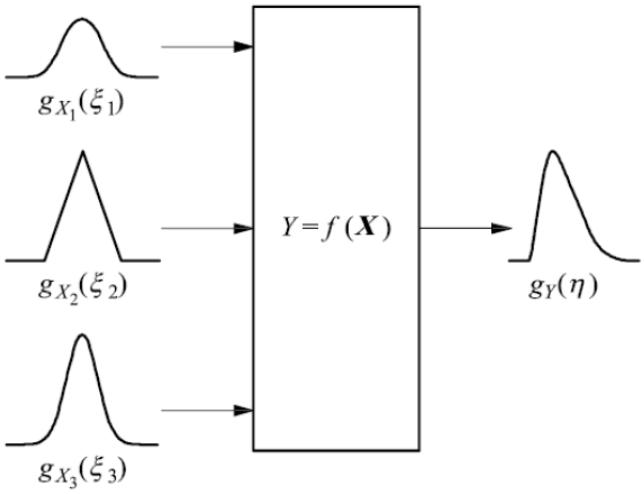

图 5-1 输入量独立时分布传播的描述

5.1 蒙特卡罗法的实施步骤

蒙特卡罗法是通过如下步骤实现概率分布的传播和不确定度的评定。

5.1.1 MC 法输入

1) 定义输出量Y，即需测量的量(被测量)；

2) 确定与Y相关的输入量：X_1，X_2,..X_N；

3) 建立Y和$X_1, X_2,...X_N$之间的模型$Y = f(X_1, X_2,...X_N)$；

4) 利用可获信息，为X_i设定PDF，如正态分布、矩形(均匀)分布等；

5) 选择蒙特卡罗试验样本量的大小，M取值应远大于$1/(1-p)$，如至少应大于$1/(1-p)$的10^4倍。例如: p取95%时，$1/(1-p) = 1/(1-95\%) = 20$，故M至少应大于$2\times10^5$，规范指出，M=$10^6$通常会为输出量提供包含概率为95%的包含区间。

5.1.2 MC 法传播

1) 从输入量X_i的PDF $g_{X_i}(\xi_i)$中抽取M个样本值d，$i = 1,2,...N, r = 1,2,...M$；

2) 对每个样本向量($x_{1,r}, x_{2,r},..., x_{N,r}$)，计算相应$Y$的模型值：

$y_r = f(x_{1,r}, x_{2,r},...x_{N,r}), r = 1,2,...M$

5.1.3 MC 法输出

将这些M个模型值按严格递增次序排序，通过这些排序的模型值而得到输出量Y的分布函数（PDF）$G_Y(\eta)$的离散表示G。

5.1.4 报告结果

1) 由G计算Y的估计值y及y的标准不确定度$u(y)$；

2) 由G计算在给定包含概率p时的Y的包含区间$\left[y_{low}, y_{high}\right]$。

5.2 蒙特卡罗法的适用范围

国家计量技术规范JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》指出，GUM法主要适用于以下条件：1）可以假设输入量的概率分布呈对称分布；2）可以假设输出量的概率分布近似为正态分布或t分布；3）测量模型为线性模型、可以转化为线性的模型或可用线性模型近似的模型。当不能同时满足上述适用条件时，如果仍按JJF 1059.1-2012的方法进行评定，那么，所确定的输出量估计值及其标

准不确定度可能变得不可靠，或可能会导致对包含区间或扩展不确定度的估计不切实际。

此时可考虑采用MC法评定测量不确定度，及采用概率分布传播的方法。国家计量技术规范JJF 1059.2-2012《用蒙特卡罗法评定测量不确定度》则明确了该法特别适用于评定以下典型情况的测量不确定度问题：1）各不确定度分量的大小不相近；应用不确定度传播律时，计算模型的偏导困难或不方便；输出量的PDF较大程度地背离正态分布、*t*分布；输出量的估计值和其标准不确定度的大小相当；测量模型明显非线性输入量的PDF明显非对称。

5.3 GUM 法和蒙特卡罗法的比较

GUM法和MC法都是国际标准约定的用来评定测量不确定度的方法，但是目前GUM法仍然是主要方法，MC法是GUM法的补充。GUM法是通过不确定度传播律确定输出量的合成标准不确定度。MC法则是采用蒙特卡罗法进行概率分布传播确定被测量的估计值及其包含区间。具体区别试以下表说明。

表 5-1 GUM 法与 MC 法比较

	GUM法	MC法
原理	由输入量的标准不确定度，通过不确定度传播律，得到输出量的测量不确定度。	根据输入量的信息设定各输入量的PDF，对入量的PDF进行离散抽样，从而得到一系列离散抽样值，从而得出输出量的测量不确定度。
输入量信息	最佳估计值、标准不确定度分量、自由度和协方差	概率密度函数PDF
输出量信息	通过不确定度传播律，计算输出量的合成标准不确定度，计算灵敏系数，得到扩展不确定度和包含区间。	通过测量模型，计算得到输出量的PDF离散值，由此直接获得输出量的最佳估计值、标准不确定度和包含区间。
输出量概率分布要求	主要适用于输出量的概率分布近似为正态分布。	输出量的概率分布可以是任意形状的分布，可以是不对称分布，被测量的最佳估计值可以不在分布的中心。

对测量模型的要求	用于非线性模型时，要按泰勒级数展开，并考虑所有具有影响的高阶项后得到近似的线性模型。	既可用于线性模型，又可用于复杂或非线性模型。
计算方式	获得不确定度传播律中的灵敏系数，要对模型的输入量进行一阶或高阶偏导数的计算；有时GUM法还要计算输入量间的协方差，许多情况下这些都是有很大难度的。	无需使用一阶或高阶偏导数来计算不确定度传播律中的灵敏系数，无需计算协方差计算合成标准不确定度。

应该说，在不确定度评定过程中，MC法提供了一种对于复杂或非线性模型的处理方法，无需使用一阶或高阶偏导来提供不确定度传播律的灵敏系数，可减小评定难度，尤其是在借助计算机软件的情况下，MC法所需要的百万级次的计算已不是难题，就这点来说MC法相较GUM法具有一定的优势。

5.4 采用蒙特卡罗法评定不确定度需要注意的几个问题

1) 采用蒙特卡罗法时要求合理确定样本量的大小M，也就是测量模型计算的次数。在规定的数值容差下，MC法提供的结果所需的试验次数跟输出量的PDF“形状”及 p 有关。MC法的试验次数也可以用自适应MC法进行确定，通过试验次数不断增加，直至所需要的各种结果达到统计意义上的稳定，具体来说就是计算出的平均值等参数的2倍标准偏差需与 $u(y)$ 的数值容差 δ 进行比较直至均小于 δ 方表示计算稳定以此确定试验次数。根据文献及使用经验来看，通常采用一百万次试验数据与采用自适应MC法得到的评定结果一致。
2) 所谓数值容差 δ，就是最短区间的半宽度，该区间包含能准确表达到指定位数的有效十进制数的所有数。对数值 z 相关的数值容差按下列方式给出：先将数值 z（标准不确定度）表示为 $c\times10^{l}$ 的形式。其中，c 是 n_{dig} 位十进制整数，l 是整数，n_{dig} 表示数值 z 的有效数值字的个数。那么，z 的数值容差 δ 取：$\delta=\frac{1}{2}10^{l}$。采用自定义蒙特卡罗法需要用到数值容差的概念。如：某次评定 $u(y)=0.00035$，$n_{dig}=2$，$u(y)$ 表示为 35×10^{-5}，$c=35$，$l=-5$，则 $\delta=\frac{1}{2}\times10^{-5}$。

3) 输入量相关情况无法忽略时，GUM法在合成时需评估相关性影响，而蒙特卡罗法的每个输出量均客观反映了该影响，无需另加考虑，评定过程得以简化。如附录“C.2、高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定”和“C.3、基于蒙特卡罗法的高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定”分别给出了采用GUM法和MC法评定同一分析项目测量不确定度的过程。由于测量过程均使用同一天平，输入量间强相关，GUM法中将相关系数近似放大为“1”进行了处理，而采用MCM法，无需考虑相关性影响，为与报告结果保持小数点位数一致而对结果进行修约后，两个评定法出具的不确定度结果并无差异。在某些无法评估相关系数的案例中，这个优势更为明显。

4) 由于蒙特卡罗法涉及大量数值模拟和计算，所以必须借助计算软件来实现，MC法也由于专业计算软件的帮助而变得更加快速便捷。某些行业对于采用通用标准的检测项目的不确定度评定，通过共享评定模板还能使同类测量的不确定度评定具备规范的基础，更有利于实验室间的交流促进共同提高。

5.5 用蒙特卡罗法验证 GUM 法的结果

虽然GUM法在许多情况下被认为是非常适用的，但是确定是否满足其所有应用条件也并非易事。由于MC法的适用范围比GUM 法的更广泛，建议用MC法与GUM法两种方法进行比较来确认GUM法是否通过MC法验证，建议步骤如下：

1) 应用GUM 法得到输出量的约定 p 的包含区间 $y \pm U_p$；

2) 运用自适应蒙特卡罗方法获得输出量的标准不确定度 $u(y)$ 和概率对称或最短包含区间的端点值 y_{low} 和 y_{high} ；

3) 确定由GUM 法及MC法获得的包含区间在约定的数值容差下是否一致。

   a. 确定 $u(y)$ 的数值容差 δ，；

   b. 对GUM法和MC法获得的包含区间进行比较，确定是否能获得GUM法提供的包含区间中正确十进制数字的所需位数，尤其可确定分别由GUM法和MC法所提供的包含区间的各自端点的差的绝对值。如果 $d_{low} = \left| y - U_p - y_{low} \right|$ 和 $d_{high} = \left| y + U_p - y_{high} \right|$ 不大于 δ，则GUM 法可通过验证。

在获取MC法结果过程中应采用足够大的蒙特卡罗试验次数M。当用MC法来验证GUM 法时，δ表示的数值容差，建议当采用自适应蒙特卡罗法时提供数值容差为$\delta/5$ 时的更为严格的结果来对GUM法加以验证。

六、测量不确定度评定的 Globe（Top-down）方法

GUM法（Guide to the expression of uncertainty in measurement)和MC法(Monte Carlo Method)分别提供了基于不确定度传播和概率分布传播来评定与表示测量不确定度的方法。美国人Horwitz提出的Globe（Top-down）方法，即从上到下的方法，在欧美比较流行。它的核心思想是：在控制不确定度来源或程序的前提下，来评定测量不确定度，即运用统计学原理直接评定特定测量系统的受控结果的测量不确定度。典型的方法目前有四种，即精密度法、控制图法、线性拟合法和经验模型法。国家质量监督检验检疫总局和国家标准化管理委员会制定发布的GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》就是采用的Top-down方法。本指南文件中，主要对精密度法的应用进行了讨论和说明。

6.1 精密度法

精密度法提供了一种更为经济有效的利用重复性、再现性指标来进行不确定度评定的手段。测试方法标准中根据协同试验获得了方法的重复性、再现性和正确度的估计值等信息，如实验室内和实验室间的方差分量的估计值，据此给出不确定度估计值，这也符合GUM的相关原理。对材料理化检测，尤其是化学检验来说，依据的方法标准大多已有精密度控制指标，采用精密度法来进行测量不确定度评定不失为一种高效可信的方法，也更易为理化检测从业者所掌握。值得注意的是，使用该法的前提是确保测量过程的偏倚和精密度受控。GB/T 27411-2012也对如何评价是否受控进行了详细说明。事实上，每个定量标准测试方法本身对偏倚和精密度是否受控均给出了评价标准，即我们通常说的样品平行分析允许差及标准样品允许差，符合该允许差的规定也就具备了使用本法简单评估测量不确定度的要求，在实际使用时可酌情考虑采用该法确定偏倚和精密度是否受控。本文中的三个案例根据目前标准化学测试方法提供的典型精密度指标给出了不确定度的评定方法，供参考。当然，如果实验室能获得期间精密度测量统计下的质量控制数据，则可采用CNAS-GL 34《基于质控数据环境检测测量不确定度评定

指南》所提供的方法。

6.2 精密度法评定方法

6.2.1 偏倚和精密度控制

6.2.1.1 偏倚控制

首先应对偏倚和精密度进行核查，确保测量过程处于统计控制状态。按照GB/T 27411-2012的规定若式(6-1)成立，则认为偏倚处于受控。

$$|\Delta| < 2s_{\mathrm{D}} \tag{6-1}$$

式(6-1)中：

Δ：标准物质、能力验证和权威方法确认的偏倚估计值

s_{D}：实验室采用标准物质确认时得到的标准差

$$s_{\mathrm{D}} = \sqrt{{s_{\mathrm{L}}}^2 + \frac{{s_{\mathrm{w}}}^2}{n}} \tag{6-2}$$

式(6-2)中：

s_{L}：实验室间标准差

s_{w}：实验室 1 的标准差

n：本实验室标准物质确认的的重复测定次数

最理想的情况，可以利用历史积累数据，获得本实验室n次标准物质的测定结果，继而求得标准差s_{w}。实际使用中，因为标准样品多为单次测定，无法获得s_{w}值，为简便起见，可用复现性标准差s_{R}代替s_{D}进行判断，根据 GB/T 6379.2《测量方法与结果的准确度 第 2 部分确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》7.1.2 所示：

$$ {s_{\mathrm{R}}}^2 = {s_{\mathrm{L}}}^2 + {s_{\mathrm{r}}}^2 \tag{6-3}$$

式(6-3)中：

$s_R{}^2$：再现性方差

$s_r{}^2$：重复性方差

式(6-1)可用式(6-4)代替：

$$|\Delta| < 2s_R \tag{6-4}$$

即式(6-4)成立时，可判定偏倚受控。

6.2.1.2 精密度控制

样品测定标准差 s_s 小于重复性标准差 s_r 时，认为精密度受控。

6.2.2 不确定度评定

在偏倚和精密度受控的情况下，若忽略偏倚的不确定度和其他效应，可参考以再现性标准差 s_R 作为不确定度的估计值。

6.3 精密度法评定示例

6.3.1 精密度指标以 σ_d 和 σ_L 表示的示例

采用ISO 9682-1:2009《火焰原子吸收光谱法》测定铁矿石中锰含量，两次平行样品测定结果分别为：0.235%、0.237%，标准样品的测定值为0.236%，参考值为0.23%。

1) 偏倚控制

由标准ISO 9682-1:2009《火焰原子吸收光谱法》可知：

$$\sigma_d = 0.00771X + 0.0004$$

$$\sigma_L = 0.0138X + 0.0009$$

重复性标准差: $s_r = \sigma_d = 0.0022\%$

实验室间标准差: $s_L = \sigma_L = 0.0041\%$

再现性标准差：$s_R = \sqrt{s_L{}^2 + s_r{}^2} = \sqrt{0.0041\%^2 + 0.0022\%^2} = 0.0047\%$

偏倚估计值: $|\Delta| = |0.236\% - 0.23\%| = 0.006\%$

$2s_R = 0.0094\%$，可得 $|\Delta| < 2s_R$，认为偏倚处于受控。

2) 精密度控制

样品两次平行测定结果分别为：0.235%、0.237%，标准差s_s为0.0014%，

$s_s = 0.0014\%$，可得$s_s < s_r$，认为精密度受控。

3) 不确定度评定

在偏倚和精密度受控的情况下，若忽略偏倚的不确定度和其他效应，可参考以复现性标准差s_R作为不确定度的估计值$u = s_R = 0.0047\%$。

4) 扩展不确定度的评定

取$k = 2$,扩展不确定度为：$U = k \times u = 2 \times 0.0047\% = 0.0094\%$

5) 测量不确定度报告

本实验室依据方法ISO 9682-1:2009《火焰原子吸收光谱法》测定铁矿石中锰含量的测量不确定度报告可表示为：$w = (0.236 \pm 0.010)\%; k = 2$。

6.3.2 精密度指标以r和R表示的示例

采用GB/T 20125-2006《低合金钢 多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》分析钢样中的锰，两次平行测定结果分别为：0.754%、0.747%，标准样品的测定值为0.751%，参考值为0.758%。

1) 偏倚控制

标准 GB/T 20125-2006中查得重复性限r和再现性限R，

$$s_r = \frac{r}{2\sqrt{2}} = \frac{0.0205\%}{2\sqrt{2}} = 0.0072\%$$

$$s_R = \frac{R}{2\sqrt{2}} = \frac{0.0577\%}{2\sqrt{2}} = 0.020\%$$

偏倚估计值:$|\Delta| = |0.758\% - 0.751\%| = 0.007\%$

$2s_R = 0.040\%$，可得$|\Delta| < 2s_R$，认为偏倚处于受控。

2) 精密度控制

两次平行测定结果分别为：0.754%、0.746%，标准差s_s为0.0057%，

$s_s = 0.0057\%$，可得$s_s < s_r$，认为精密度受控。

3) 不确定度评定

在偏倚和精密度受控的情况下，若忽略偏倚的不确定度和其他效应，可参考

以复现性标准差s_R作为不确定度的估计值$u = s_R = 0.020\%$。

4) 扩展不确定度的评定

取$k = 2$,扩展不确定度为：

$$U = k \times u = 2 \times 0.020\% = 0.040\%$$

5) 测量不确定度报告

本实验室依据方法国家标准GB/T 20125-2006《低合金钢 多元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》测定低合金钢中锰的测量不确定度报告可表示为：

$$w = (0.751 \pm 0.040)\%\ ;\ k = 2$$

6.3.3 精密度指标以“允许差”表示的示例

采用GB/T 5069-2007《镁铝系材料化学分析方法》分析镁质耐材样品中的氧化铝，两次平行测定结果分别为：38.36%、38.61%，测定标准样品的测定值为38.49%，参考值为38.70%。

1) 偏倚控制

标准GB/T 5069-2009规定了氧化铝含量在30%-60%时的允许差为0.60%，该允许差指的是平行样品分析的允许差值，可解读为重复性限r=0.60%。标准同时还规定，标准物质确认的分析值与参考值间的差值应小于允许差的0.7倍，即与标样间的允许差为0.42%，偏倚估计值可直接与其进行比较来进行判断。

偏倚估计值:$|\Delta| = |38.70\% - 38.49\%| = 0.21\% < 0.42\%$

可认为偏倚处于受控。

2) 精密度控制

两次平行测定结果分别为：38.36%、38.61%，标准差s_s为0.177%，$s_r = \frac{r}{2\sqrt{2}} = \frac{0.60\%}{2\sqrt{2}} = 0.21\%$，可得$s_s < s_r$，认为精密度受控。

3) 不确定度评定

由 GB/T6379.6-2009《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第 6 部分：准确度值的实际应用》可知，95%的概率水平下，标准样品测定值与参考值之间的临界差为：

$$CD_{0.95}=\frac{\sqrt{R^2-r^2\times\frac{n-1}{n}}}{\sqrt{2}}$$

在标准物质测定次数为一次的情况下，$n=1$，

$$0.42\%=\frac{\sqrt{R^2}}{\sqrt{2}}=\frac{R}{\sqrt{2}},R=0.60\%$$

即：$s_R=\frac{R}{2\sqrt{2}}=\frac{0.60\%}{2\sqrt{2}}=0.21\%$

在偏倚和精密度受控的情况下，若忽略偏倚的不确定度和其他效应，可参考以复现性标准差s_R作为不确定度的估计值,$u=s_R=0.21\%$。

4) 扩展不确定度的评定

取$k=2$,扩展不确定度为：

$$U=k\times u=2\times 0.21\%=0.42\%$$

5) 测量不确定度报告

本实验室依据GB/T 5069-2007《镁铝系材料化学分析方法》分析镁质耐材样品中的氧化铝的测量不确定度报告可表示为：$w=(38.49\pm 0.42)\%;k=2$。

七、CNAS 对测量不确定度的要求及评定中应注意的一些问题

7.1CNAS对检测实验室测量不确定度的要求

CNAS 充分考虑目前国际上与合格评定相关的各方对测量不确定度的关注，以及测量不确定度对测量、试验结果的可信性、可比性和可接受性的影响，特别是这种影响和关注可能会造成消费者、工业界、政府和市场对合格评定活动提出更高的要求。因此，CNAS 在认可体系的运行中给予测量不确定度评估以足够的重视，以满足客户、消费者和其他各有关方的期望和需求。其中对检测实验室的具体要求如下：

1) 检测实验室应制定与检测工作特点相适应的测量不确定度评估程序，并将其用于不同类型的检测工作。

2) 检测实验室应有能力对每一项有数值要求的测量结果进行测量不确定度评估。当不确定度与检测结果的有效性或应用有关、或在用户有要求时、或当不确定度影响到对规范限度的符合性时、当测试方法中有规定时和 CNAS 有

要求时（如认可准则在特殊领域的应用说明中有规定），检测报告必须提供测量结果的不确定度。

3) 检测实验室对于不同的检测项目和检测对象，可以采用不同的评估方法。

4) 检测实验室在采用新的检测方法时，应按照新方法重新评估测量不确定度。

5) 检测实验室对所采用的非标准方法、实验室自己设计和研制的方法、超出预定使用范围的标准方法以及经过扩展和修改的标准方法重新进行确认，其中应包括对测量不确定度的评估。

6) 对于某些广泛公认的检测方法，如果该方法规定了测量不确定度主要来源的极限值和计算结果的表示形式时，实验室只要按照该检测方法的要求操作，并出具测量结果报告，即被认为符合本要求。

7) 由于某些检测方法的性质，决定了无法从计量学和统计学角度对测量不确定度进行有效而严格的评估，这时至少应通过分析方法，列出各主要的不确定度分量，并做出合理的评估。同时应确保测量结果的报告形式不会使客户造成对所给测量不确定度的误解。

8) 如果检测结果不是用数值表示或者不是建立在数值基础上（如合格/不合格，阴性/阳性，或基于视觉和触觉等的定性检测），则不要求对不确定度进行评估，但鼓励实验室在可能的情况下了解结果的可变性。

9) 检测实验室测量不确定度评估所需的严密程度取决于：

a）检测方法的要求；

b）用户的要求；

c）用来确定是否符合某规范所依据的误差限的宽窄。

7.2测量不确定度评定中应注意的一些问题

7.2.1可忽略的不确定度来源

在测量不确定度评定时，往往不可能将所有不确定度来源所导致的不确定度分量都考虑在内，这样会使评定复杂化，所以不确定度来源的分析尤为重要，有影响的因素应不重复但也不遗漏。重复将导致不确定度过大，遗漏将导致不确定度过小，应抓住对结果影响大的不确定度来源。有些影响较小的不确定度来源可不必考虑。根据大量的评定表明，如果由所有来源所确定的不确定度分量而合成

得到的合成标准不确定度是u_c，那么，忽略其中一个来源导致的不确定度分量后，余下的分量再进行合成所得到的合成标准不确定度为u_{c-1}，如果，$\left(\frac{u_c-u_{c-1}}{u_c}\right)\le 10\%$，则被忽略的这个来源导致的不确定度分量对此问题的不确定度评定的影响认为是较小的，可以忽略。反之，如果$\left(\frac{u_c-u_{c-1}}{u_c}\right)>10\%$，则此来源应予考虑，建议不可忽略。这对于一般的工业质量检验，已满足有关标准或工程应用的实际要求。当然，比较的数值 10％是可以商榷的，如果工程项目要求较高，这个比较的数值可以下降为 5％、2％等，如果工程项目可靠性要求更高，那么这个比较的数值还可继续下降为 1％、0.5％等，这可视具体情况而定。

7.2.2A类评定中标准差的安全因子

在理化检测工作中，有的检验项目被检验的试样或样品在相同条件下，不可能进行多次的重复性试验，次数校少，那么试验重复性所引起的不确定度分量可靠性就很差，为了增加可靠性可采用“标准差安全因子”的办法解决。国际上，有的标准如 ISO/TS 14253-2:1999（工件和检测结果不确定度评定）中提出，在按贝塞尔公式计算出标准差s对不确定度进行 A 类评定时，如果自由度较小（即观测次数n较少）那么为了弥补由此算出的单次测量结果标准差s不可靠的缺陷，可将s乘上一个安全因子h，它与重复观测次数n的关系，如表 7-1 所示。

表 7-1 重复观测次数n与安全因子h的数据

n	h	n	h	n	h
2	7.0	5	1.4	8	1.2
3	2.3	6	1.3	9	1.2
4	1.7	7	1.3	≥10	1

这表明，当观测次数$n\ge 10$（即自由度$\nu=n-1=9$）时，可认为由贝塞尔公式得出的标准差s是可靠的，安全因子为 1。当观测次数n <10 时，s可靠性小，且n越小，可靠性就越小。因此，安全因子h越大，即根据n的大小按表 7-1 适当扩大s的数据。注意，这种扩大所得的结果仍为标准差，是具有可靠度的标准差，

而不是扩展不确定度。这种规定具有一定的合理性，测量不确定度评定的简化和工件合格评定都提出了许多具体的具有可操作性的规定。

7.2.3不确定度评定中A类和B类方法的选用问题

在理化检测测量不确定度评定中，A 类和 B 类评定法不存在本质的区别，只是所用的方法不同而已。A 类是用对观测列数据的统计方法，而 B 类是非统计方法（有的追溯源头可能也是由统计方法而得），绝不能认为哪一类方法更优越，在实际评定中应根据被评定问题的现实情况按照可靠、简单、方便的原则来选取。如在本指南附录金属拉伸试验结果不确定度的评定实例中，试样尺寸的测量需要检测人员应用量具多次进行测量，实验中对于实验机载荷度盘显示的力值，也需检测人员进行读数，同一人员在不同的情况下也可能得出不同的读数，而且在测试中都要借助仪器（量具和试验机）进行，所以 A 类方法和 B 类方法在理化检测测量不确定度的评定中自然都会用到。但如果我们借助于某一数字显示的电子秤对某物体的重量进行测试，那么当要对其测量不确定度进行评定时，显然，只需按照该数显电子秤计量检定证书的信息采用 B 类方法即可，因为称重结果的数字显示，不同人员读出的数据应该是一致的（除非粗心大意，发生了读错、记错的情况，则应根据判断粗差的法则进行剔除，不属于这里的讨论范围）。因此，在材料理化检测结果测量不确定度评定中，无论两种方法都用到，还是只用到一种方法，都是完整的评定。其可靠性由其自由度描述，自由度越大，越可靠，反之，亦然。

在评定中，某个不确定度分量属 A 类还是 B 类，只表明所采用的方法类型，而对合成标准不确定度和扩展不确定度的评定并无影响。因此，在评定步骤第四步测量不确定度分量的评定中，可以注明某个分量是 A 类或 B 类，也可不予注明，这无关紧要。

7.2.4A类不确定度分量为零的情况

在当代高科技迅猛发展的年代，先进的计算机控制技术，结合先进的传感技术，二次仪表数显技术，使得全自动控制测量成为可能，并导致测量准确度越来越高，甚至将校准、检测测量和工程过程合为一体。如应用了 PID 自动调控的测量控制设备，当过程输出稳定后，输出值与设定值完全相同，记录曲线与设定曲线完全重合，这时测量测量模型有唯一的解，残差均为零，即对于这种高准确

度的现代化测量设备重复性非常好，此时，对同一稳定的被测量观测数据完全相同，用统计方法得出的 A 类不确定度分量为零。同样，在理化检测领域全自动化的仪器和设备日益增多，只要被检测的试样或样品状态是稳定的，那么在相同条件下，检测多次所得到的结果是一致的。也就是说用 A 类评定得到的重复性不确定度分量很小，甚至为零。当这种情况被确认，而且并非设备测量系统处于死区时，可采用 B 类方法，以测量系统的分辨率求出测量不确定度分量，当然，还应该考虑到环境条件，被检测试样或样品的加工状态及材质均匀性、稳定性等其他因素所引入的测量不确定度分量（在不可忽略的情况下）。

7.2.5计算合成不确定度时应注意的问题

在测量不确定度评定中，当全部输入量 x_i 是彼此独立或不相关时，理化检测结果 y (输出量 Y 的估计值)的合成标准不确定度 $u_c(y)$ 可用如式（7-1）所表的各输入量估计值 x_i 的不确定度分量 $C_i u(x_i)$ 的方和根公式来计算，即

$$u_c(y)=\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial x_i}\right]^2 u^2(x_i)}=\sqrt{\sum_{i=1}^{N}C_i^2 u^2(x_i)} \tag{7-1}$$

上式表明，在各个分量间是独立无关的情况下，输入量绝对不确定度分量 $C_i u(x_i)$ 的方和根等于合成不确定度 $u_c(y)$。由于不确定度可用相对形式来表示，那么当不确定度分量为相对形式时，是否仍可应用方和根公式来计算检测结果 y 的合成不确定度？回答是必须由测量模型来决定。对于材料的理化检测，一般可分两种情况：

1) 输入量估计值 x_i 间的乘、除关系决定了输出量估计值 y，

例如，对简单情况，设 $y=f(x_i)=\frac{a}{bc}$ ，则 $c_a=\frac{\partial f}{\partial a}=\frac{1}{bc}$ ， $c_b=\frac{\partial f}{\partial b}=-\frac{a}{b^2c}$ ， $c_c=\frac{\partial f}{\partial c}=-\frac{a}{bc^2}$

所以由（7-1）式，有

$$u_c(y)=\sqrt{\left(\frac{1}{bc}\right)^2 u^2(a)+\left(-\frac{a}{b^2c}\right)^2 u^2(b)+\left(-\frac{a}{bc^2}\right)^2 u^2(c)}$$

注意到 $y=f(x_i)=\dfrac{a}{bc}$，可有

$$\frac{u_c(y)}{|y|}=\frac{\sqrt{\left(\frac{1}{bc}\right)^2u^2(a)+\left(-\frac{a}{b^2c}\right)^2u^2(b)+\left(-\frac{a}{bc^2}\right)^2u^2(c)}}{\left|\frac{a}{bc}\right|}$$

经整理后可得：

$$u_{rel}(y)=\sqrt{\frac{u^2(a)}{a^2}+\frac{u^2(b)}{b^2}+\frac{u^2(c)}{c^2}}$$

即 $u_{rel}(y)=\sqrt{u^2{}_{rel}(a)+u^2{}_{rel}(b)+u^2{}_{rel}(c)}$

写为通式就是： 假如

$$y=x_1^{\pm1}x_2^{\pm1}..x_N^{\pm1} \tag{7-2}$$

$$\left(\frac{u_c(y)}{|y|}\right)^2=\left(\frac{u(x_1)}{x_1}\right)+\left(\frac{u(x_2)}{x_2}\right)^2+..\left(\frac{u(x_N)}{x_N}\right)^2 \tag{7-3}$$

即

$$u^2{}_{c,rel}(y)=u^2{}_{rel}(x_1)+u^2{}_{rel}(x_2)+\ldots+u^2{}_{rel}(x_N) \tag{7-3)'}$$

由式（7-1）有

$$u_c^2(y)=c_1^2u^2(x_1)+c_2^2u^2(x_2)+\ldots+c_N^2u^2(x_N) \tag{7-4}$$

这就是说，如果测量模型中输入量之间是乘、除关系，且独立、不相关，那么不仅输出量的绝对合成不确定度平方等于各个输入量绝对不确定度分量的平方之和，而且输出量的相对合成不确定度平方也等于各个输入量相对不确定度分量的平方之和。

2) 如果

$$y=x^m \tag{7-5}$$

则 $c_x=\dfrac{\partial y}{\partial x}=mx^{m-1}$，由式（7-1）有 $u_c(y)=\sqrt{c_x^2u^2(x)}=\sqrt{\left(mx^{m-1}\right)^2u^2(x)}$

注意到 $y=x^m$ 可得：$\dfrac{u_c(y)}{y}=\dfrac{\sqrt{\left(mx^{m-1}\right)^2u^2(x)}}{x^m}=\dfrac{mu(x)}{x}$

即

$$u_{\mathrm{c,rel}}(y)=mu_{\mathrm{rel}}(x) \tag{7-6}$$

这就是说，当输出量估计值 y 为输入量估计值 x 的 m 次幂时，y 的相对合成不确定度等于输入量估计值 x 的相对不确定度的 m 倍。

3) 如果测量模型中输入量间是加或减的关系或存在着加或减的关系，如

当 $y=c_1x_1+c_2x_2+.....+c_Nx_N$ 那么，由式（7-1）有

$$u_{\mathrm{c}}(y)=\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial x_i}\right]^2 u^2(x_i)}=\sqrt{\sum_{i=1}^{N}C_i^{\,2}u^2(x_i)} \tag{7-1}$$

必须注意，此时不能推导出如式（7-3）所表达的公式。

在式(7-1)中，如果 c_i 为＋1 或－1，时，有

$$u_{\mathrm{c}}(y)=\sqrt{u^2(x_1)+u^2(x_2)+...+u^2(x_N)} \tag{7-7}$$

这就是说，在这种情况下，输出量绝对合成不确定度的平方等于各个输入量绝对不确定度分量的平方之和，而输出量相对合成不确定度的平方却不等于各个输入量相对不确定度分量的平方之和。在评定工作中许多理化检测测量不确定度评定者在此问题上容易发生失误，这必须引起足够的注意。

综上所述，对于不确定度分量的合成，应该特别注意的是，在求出各个输入量的不确定度分量后，如果各个分量之间是独立不相关的，而且输入量之间的函数关系为积或商关系，那么在合成输出量的合成不确定度时各个分量可用绝对不确定度分量的形式或者相对不确定度分量的形式来进行方和根运算；如果输入量之间的函数关系不是积或商关系，而是加或减或带有加或减的算术关系，那么合成时各个分量只可用绝对不确定度分量的形式进行方和根运算而不能用相对不确定度分量的形式进行运算。由于对于理化检测所使用的设备或仪器的检定证书相当一部分给出的是精度等级（如一级设备为±1％ ，0.5 级设备为±0.5%等）或最大允许示值误差等，它们都是相对形式，这时仪器设备所引入的不确定度分量也是相对形式，为此，如果测量模型中输入量间的关系带有加或减关系，那么在合成前应该把这种相对分量的形式换算成绝对分量的形式再进行方和根的运算。

如不注意在合成时很容易出现这种差错，这必须引起特别的重视。

7.2.6评定报告中U_p和U的选用问题

扩展不确定度有$U_p = k_p u_c(y)$和$U = ku_c(y)$（k取 2 或 3）两种形式，在理化检测结果测量不确定度的实际评定中究竟采用哪种形式来报告测量不确定度的评定结果呢？U_p与U相比其主要区别是，当y和$u_c(y)$ 所表征的概率分布近似为正态分布时，扩展不确定度用U表示。若确定的区间具有的包含概率约为 95%时，$k=2, U=2u_c$，若确定的区间具有的包含概率约为 99%时，$k=3, U=3u_c$。当有固定的包含概率的要求时，扩展不确定度用U_p表示，则要判断Y可能值的分布，若接近正态分布，则$k_p = t_p(\nu_{\text{eff}})$，可根据$u_c(y)$的有效自由度$\nu_{\text{eff}}$和所需要的包含概率，查表得到$k_p$。如果确定$Y$可能值的分布不是正态分布，而是接近于其他某种分布，则不应按$k_p = t_p(\nu_{\text{eff}})$计算。

7.2.7关于求取$t_p(\nu_{\text{eff}})$值的问题

当扩展不确定度采用$U_p = k_p u_c(y)$表示方式时，如果输出量估计值y接近正态分布，则包含因子k_p可采用t值表（见附录 A）。如果按照韦尔奇-萨特斯韦特（Welch-Satterthwaite）公式算出的有效自由度数ν_{eff}值在附录 A 中查不到，那么视情况可按以下两种方法来求取：

1) 当计算的$\nu_{\text{eff}} \leq 10$ 并出现小数位时，特别是对于经常采用的包含概率$p \geq 95\%$时的情况，因为ν_{eff}的小数部分对t值（即包含因子k_p值）的影响不可忽略，因此，必须用比例内插法求出相应的t值。具体的应用式（7-8）所表达的比例内插法公式：

$$y_d = y_1 + \frac{x_d - x_1}{x_2 - x_1}(y_2 - y_1) \tag{7-8}$$

求出精确的内插值。例如，已知$\nu_{\text{eff}} = 5.5$，p=99%，试求$t_{0.99}(5.5) = ?$

此时，又可采用两种方法来计算（计算时请参见附录 A）。

a） 按非整数ν_{eff}内插求出$t_p(\nu_{\text{eff}})$值。从附录 A 可知：

$\nu_{\text{eff}}=6(x_1)$， $t_{0.99}(6)=3.71(y_1)$， $\nu_{\text{eff}}=5(x_2)$， $t_{0.99}(5)=4.03(y_2)$

欲求的$\nu_{\text{eff}}=5.5$为x_d， $t_{0.99}(5.5)$为y_d，则根据式（7-8）有： $t_{0.99}(5.5)=3.87$

b） 按非整数ν_{eff}的倒数，即$(\nu_{\text{eff}})^{-1}$的内插法来求出$t_p(\nu_{\text{eff}})$值，具体求法是：

$\nu_{\text{eff}}=6$则$(\nu_{\text{eff}})^{-1}=\frac{1}{6}(x_1)$， $t_{0.99}(6)=3.71(y_1)$， $\nu_{\text{eff}}=5$则$(\nu_{\text{eff}})^{-1}=\frac{1}{5}(x_2)$

$t_{0.99}(5)=4.03(y_2)$；

欲求的$\nu_{\text{eff}}=5.5$， $(\nu_{\text{eff}})^{-1}=\frac{1}{5.5}$为$x_d$ ， $t_{0.99}(5.5)$为y_d，则根据式（7-8）有：

$$t_{0.99}(5.5)=3.71+\frac{(\frac{1}{5.5}-\frac{1}{6})}{(\frac{1}{5}-\frac{1}{6})}(4.03-3.71)=3.86$$

十分明显，两种计算方法的结果十分接近，通常采用第一种方法较为简便，而第二种方法更为准确。

2) 当计算的ν_{eff}＞10 时，可用邻近的较小值来代替。如，计算的ν_{eff}，则用$\nu_{\text{eff}}=20$来代替，从而由附录 A 查得$t_p(\nu_{\text{eff}})$值；计算的ν_{eff}用ν_{eff}来代替……等等。这种近似处理所得的$t_p(\nu_{\text{eff}})$值（即k_p值）比上述的比例内插法的结果稍大，所得到的扩展不确定度也稍微偏大，即得到的是保守的结果，这是允许的。

需指出，有的标准如 ISO 6974-2:2001（天然气的气相色谱法测量不确定度）指出，在评定时，如果ν_{eff}为 1–20，则可按附录 A 给出k_p值，如果ν_{eff}>20，则一律将ν_{eff}作为无穷大来处理，此时得到的k_p值偏小，扩展不确定度也偏小，该标准认为所得到的结果基本可靠。这种处理方法目前虽然还未得到国际上的公认，但毕竟也提出了一种求取$t_p(\nu_{\text{eff}})$值的简化方法。

7.2.8、测量结果及其不确定度有效位数的注意事项

JJF 1059.1-2012 的 5.3.8.1 条款规定：“通常最终报告的$u_c(y)$和U根据需要取一位或两位有效数字”。这指最后结果的形式，在计算过程中，为减少修约误差

可保留多位（GUM 未做具体规定，视具体情况而定）。

一旦测量不确定度有效位数确定了，则应采用它的修约间隔来修约测量结果，以确定测量结果的有效位数。需要注意的部分包括：

a) 确定测量不确定度的有效位数，从而决定测量结果的有效位数，其原则是即要满足测量方法标准或检定规程对有效位数的规定，也要满足 GUM 的要求（一位或二位）。

b) 不允许连续修约。即在确定修约间隔后，一次修约获结果，不得多次修约。

c) 当不确定度以相对形式给出时，不确定度也应最多只保留二位有效数字。此时，测量结果的修约应将不确定度以相对形式返回到绝对形式，同样一般情况下至多保留二位，再相应修约测量结果。

d) 当采用同一测量单位来表示测量结果和其不确定度时，他们的末位应是对齐的（末位一致），这是 GUM 的规定，应予遵从。

e) 若测量结果实际位数不够而无法与测量不确定度对齐时，一般操作方法是补零后对齐。如：测量结果：m=100.0214 g， U_{95}=0.36 mg，应表示为：m=100.02140 g; U_{95}=0.36 mg(或 0.00036 g)。但必须注意到补零后其数值是否与仪器设备的最小检出量相吻合，如果不吻合则不可补零对齐。例如，在评定某个长度测量的不确定度时，已知量具的分辨力是 0.01 mm，多次测量结果经评定，其平均值是 L=10.08 mm，U_{95}=0.056 mm，ν_{eff}=20，则按上述原则，评定结果补零后对齐应为 L=10.080 mm，U_{95}=0.056 mm，ν_{eff}=20，测量结果 L 与不确定度U_{95}末位是对齐了，但结果的表达却表明了量具的分辨力为 0.001 mm，这与实际情况不符。因此，对于这种情况，如果为了两者末位对齐，将测量结果“补零”，则无意中提高了所用检测设备或仪器的分辨力，违反了现实状态。此时，解决的办法是，测量不确定度有效数取一位，测量结果不需补零，正确的报告表示方式是：L=10.08 mm，U_{95}=0.06 mm，ν_{eff}=20。测量结果和扩展不确定度使用相同计量单位，其末位一致，完全符合 JJF 1059.1-2012 的 5.3.8.3 的规定，也符合检测设备的现实情况。

总之，测量不确定度有效位数究竟是取一位还是两位，应根据所评定问题的客观实际情况按照 JJF 1059.1-2012 的规定来决定。

7.2.9、日常检测工作中的测量不确定度评定问题

作为规范化的检测实验室（仪器、设备、人员、方法、环境、试样、管理等一切条件合乎要求，即受控），对于性能参数的检测，在受控条件下，评定了测量不确定度，得到了不确定度数据，在往后日常的规范化的检测工作（仍在受控条件下）即可直接应用早先评定的结果，不需要每次检测都进行评定工作。当然，如果某一条件（如仪器准确度）或某些条件（如环境、试样、人员、方法、仪器准确度等）发生了变化，即测量不确定度的来源发生了变化，则需要重新评定测量不确定度，在此条件下，往后日常的规范化检测(受控)，就应该采用重新评定的测量不确定度数据。

7.2.10、测量不确定度评定的简化问题

对于检测实验室，在进行材料理化检测测量不确定度的评定时，可以考虑给予简化。如可考虑如下简化：

a) 可以不给自由度；

b) 合成时，可以不考虑相关性；

c) k 可以统一取 2。

在实际评定中，在按上述三点简化建议进行评定的同时还必须注意以下几方面的问题，以达到简化合理、评定结果正确可靠的目的。

1）关于重复性不确定度分量的评定问题。

在材料理化检测测量不确定度评定中，由于检验的对象是金属材料或非金属材料，一般而言这些材料的材质总存在着一定的不均匀性，其大小导致了重复性不确定度分量的大小。在一定条件下对观测列用 A 类方法对此分量进行评定时，由贝塞尔公式计算出的实验标准差 s 中包含了材质的不均匀性、人员操作的重复性、试样加工的差异、所使用设备仪器的重复性、分辨率、示值误差等因数。因此，对于材料理化检测的大多数检测参数而言，此项不确定度分量是主要的。评定了此项分量后，所用仪器设备的重复性、分辨率和示值误差等所引起的不确定度分量就不应该再进行评定，否则造成了重复。在某些情况下，如果试样十分均

匀和稳定，所用仪器和设备重复性很好，那么每次检测的数据十分接近，借助于A 类评定所得到的标准差s很小，甚至为零，那么仪器和设备的分辨率、示值误差等所引起的不确定度必须作为分量，参加合成。

2）B 类评定的分布问题

d) 所使用的设备、仪器的检定证书或校准证书给出的扩展不确定度数值未说明分布时，求取由此引起的不确定度分量，则按正态分布处理。

e) 评定设备、仪器、数显仪表的最大允差，数显测量仪器的示值量化，检测结果数据修约所引起的不确定度分量时，按均匀分布处理。

f) 在化学分析中，评定容量瓶、量杯、滴定管、移液管等最大允差所引起的不确定度分量时，可按三角分布，也可按均匀分布处理。

3）关于输入量间相关性问题的处理

在上述三条基本简化建议的第二条中建议合成时，可以不考虑相关性，但在具体处理时根据具体情况要尽量做到正确合理，以保证评定结果的可靠性。对于一般民用工业的检测工作，如果没有有力的证据说明某些输入量的不确定度分量之间存在着强相关，那么就按不相关处理。但对于要求较高的场合，如航天、航空、某些军工项目、医药卫生的检测等就必须考虑其相关性。检测工作中的相关性，是由相同的原因所导致，例如，当两个或更多的输入量使用了同一仪器、设备、量具，或者使用了相同的参考标准、实物标准、参考数据等，那么这两个或多个输入量之间就存在着相关性。这时还是应该考虑相关性，否则缺乏正确性，可靠性下降。为此，如果评定中确实发现分量间存在强相关（如上所述，不同输入量之间采用了同一仪器或参考标准进行检测），那么应该尽可能改用不同的仪器、设备、量具或参考标准等分别检测或测量这些参数使其不相关。

在评定中，如果证实某些分量之间存在着强相关关系，那么应该首先判断其相关性是正相关关系还是负相关关系，并分别取相关系数为＋1 或－1（当然，独立无关的分量之间相关系数r可视为零），然后求得合成不确定度$u_c(y)$。本指南附录 D.1 中的“扫描电镜测微米级长度的测量不确定度评定”就是这样的实例。

7.2.11、测量不确定度最终报告形式要注意的问题

因为测量不确定度是与测量结果相联系的参数。因此，测量不确定度最终的

报告形式应该是三部分，即“检测结果，扩展不确定度U或U_{p}，包含因子k_{p}数值或有效自由度ν_{eff}”。有的评定者往往会漏报检测结果，这应该引起注意。

附录 A： t 分布在不同概率 p 与自由度 ν 的 $t_p(\nu)$ 值（t 值）表

自由度 ν	概率 p（%）					
	68.27	90	95	95.45	99	99.73
1	1 .84	6 .31	12 .71	13 .97	63 .66	235 .80
2	1 .32	2 .92	4 .30	4 .53	9 .92	19 .21
3	1 .20	2 .35	3 .18	3 .31	5 .84	9 .22
4	1 .14	2 .13	2 .78	2 .87	4 .60	6 .62
5	1 .11	2 .02	2 .57	2 .65	4 .03	5 .51
6	1 .09	1 .94	2 .45	2 .52	3 .71	4 .90
7	1 .08	1 .89	2 .36	2 .43	3 .50	4 .53
8	1 .07	1 .86	2 .31	2 .37	3 .36	4 .28
9	1 .06	1 .83	2 .26	2 .32	3 .25	4 .09
10	1 .05	1 .81	2 .23	2 .28	3 .17	3 .96
11	1 .05	1 .80	2 .20	2 .25	3 .11	3 .85
12	1 .04	1 .78	2 .18	2 .23	3 .05	3 .76
13	1 .04	1 .77	2 .16	2 .21	3 .01	3 .69
14	1 .04	1 .76	2 .14	2 .20	2 .98	3 .64
15	1 .03	1 .75	2 .13	2 .18	2 .95	3 .59
16	1 .03	1 .75	2 .12	2 .17	2 .92	3 .54
17	1 .03	1 .74	2 .11	2 .16	2 .90	3 .51
18	1 .03	1 .73	2 .10	2 .15	2 .88	3 .48
19	1 .03	1 .73	2 .09	2 .14	2 .86	3 .45
20	1 .03	1 .72	2 .09	2 .13	2 .85	3 .42
25	1 .02	1 .71	2 .06	2 .11	2 .79	3 .33
30	1 .02	1 .70	2 .04	2 .09	2 .75	3 .27
35	1 .01	1 .70	2 .03	2 .07	2 .72	3 .23
40	1 .01	1 .68	2 .02	2 .06	2 .70	3 .20
45	1 .01	1 .68	2 .01	2 .06	2 .69	3 .18

50	1 .01	1 .68	2 .01	2 .05	2 .68	3 .16
100	1 .005	1 .660	1 .984	2 .025	2 .626	3 .077
∞	1 .000	1 .645	1 .960	2 .000	2 .576	3 .000
对期望 μ 及总体标准偏差 σ 的正态分布描述某量 z ，当 $k=1,2,3$ 时，区间 $\mu \pm k\sigma$ 分别包含分布的 68.27%,95.45%,99.73% 。						

注：当自由度较小而又要求较高准确度时，非整数的自由度可按以下两种方法之一，内插计算 t 值。以下两种方法，第二种方法更为准确。

1) 按非整 ν 内插求 $t_p(\nu)$

例：对 $\nu = 6.5$， $p = 0.9973$ ，由 $t_p(6) = 4.90$ ， $t_p(7) = 4.53$

得 $t_p(6.5) = 4.53 + (4.90 - 4.53)(6.5 - 7)/(6 - 7) = 4.72$

2) 按非整 ν 由 ν^{-1} 内插求 $t_p(\nu)$

例：对 $\nu = 6.5$，$P = 0.9973$ ，由 $t_p(6) = 4.90$，$t_p(7) = 4.53$

得 $t_p(6.5) = 4.53 + (4.90 - 4.53)(1/6.5 - 1/7)/(1/6 - 1/7) = 4.72$

附录B、金属材料力学性能试验检测结果测量不确定度的评估实例

B.1、热轧带肋钢筋拉伸性能试验检测结果测量不确定度评定

1 概述

1.1 测量方法

依据 GB/T 228.1-2010《金属拉伸试验方法》

1.2 评定依据

JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》

1.3 环境条件

根据标准 GB/T 228.1-2010，试验一般在 10℃～35 ℃室温进行。本试验温度为 20℃±2 ℃，相对湿度＜80%

1.4 测量标准

WE600 型万能材料试验机，检定证书给出为一级试验机（载荷示值相对最大允许误差为±1%）。

1.5 被测对象

HRB335 热轧带肋钢筋，公称直径 Φ 20 mm,检测下屈服强度 R_{eL}，抗拉强度 R_m 和断后伸长率 A。

1.6 测量过程

根据 GB/T 228.1-2010，在规定环境条件下（包括万能材料试验机处于受控状态），选用试验机的 300kN 量程对试样，在标准规定的加载速率下，对试样施加轴向拉力，测试其试样的下屈服力和最大力，用计量合格的划线机和游标卡尺分别给出原始标距并测量出断后标距，最后通过计算得到 R_{eL}、抗拉强度 R_m 和断后伸长率 A。

2 建立测量模型

根据 GB/T 228.1-2010 标准。

下屈服强度

$$R_{eL} = \frac{F_{eL}}{S_0} = \frac{4F_{eL}}{\pi d^2} \qquad \text{（B.1.1）}$$

抗拉强度

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} = \frac{4F_m}{\pi d^2}$$

（B.1.2）

断后伸长率

$$A = \frac{\overline{L_u} - L_0}{L_0} \times 100\% \qquad \text{（B.1.3）}$$

式中：

F_{el}—下屈服力，N

F_m—最大力，N

S_0—为试样平行长度的原始横截面积,mm2

d—为试样平行长度的直径，mm

L_0—为试样原始标距（本例 $L_0 = 5.65\sqrt{S_0} = 100mm$ 为短比例试样），mm

$\overline{L_u}$—为试样拉断后的标距均值，mm

A—断后伸长率，％。

3 测量不确定度来源的分析

对于钢筋的拉伸试验，根据其特点经分析，测量结果不确定度的主要来源是：钢筋直径允许偏差所引起的不确定度分量 $u(d)$；试验力值测量所引起的不确定度分量 $u(F_{eL})$ 和 $u(F_{\mathrm{m}})$；试样原始标距和断后标距长度测量所引起的不确定度分量 $u(L_0)$ 和 $u(L_{\mathrm{u}})$。分量中包括了检测人员测量重复性所带来的不确定度和测量设备或量具误差带来的不确定度。有的分量中还包括了钢筋材质不均匀性所带来的不确定度，这在以后的叙述中加以分析。另外，试验方法标准（GB/T 228.1-2010）规定，不管是强度指标，还是塑性指标，其结果都必须按标准的规定进行数值修约，所以还有数值修约所带来的不确定度分量 $u(R_{eL,\mathrm{rou}})$，$u(R_{\mathrm{m,rou}})$ 和 $u(A_{rou})$。

4 标准不确定度分量的评定

4.1 钢筋直径允许偏差所引起的不确定度分量 $u(d)$

在钢筋的拉伸试验中，钢筋的直径是采用公称直径 d,对于满足 GB 1499.2-2007 的钢筋混凝土用热轧带肋钢筋不同的公称直径允许有不同的偏差，

对于本文研究的Φ 20mm 的钢筋，标准规定这个允许偏差为±0.5 mm，即误差范围为 -0.5 mm,+0.5 mm），其出现在此区间的概率是均匀的，所以服从均匀分布，它所引起的标准不确定度可用 B 类方法评定，即：

$$u(d)=\frac{a}{k}=\frac{0.5}{\sqrt{3}}=0.289\ \ mm$$

钢筋产品在满足 GB/T 1499.2-2007 的前提下，其直径允许偏差就是±0.5 mm，所以由此决定的标准不确定度分量$u(d)$十分可靠，一般认为其自由度ν为无穷大。

4.2 试验力值测量所引起的不确定度分量$u(F_{el})$和$u(F_m)$

4.2.1 检测人员重复性及钢筋材质不均匀性所带来的不确定度$u(F_{el,1})$和$u(F_{m,1})$

这可由不同人员对多根试样的试验力值多次重复读数的结果，用统计方法进行标准不确定度的 A 类评定。本工作在同一根钢筋上均匀地截取 10 根钢筋试样，进行拉伸试验，得到表 B.1.1 和表 B.1.2 所示的试验力值数据。表 B.1.1 和表 B.1.2 中的标准差s_j，是应用贝塞尔公式求得的。再应用式（B.1.4）

$$s_{\mathrm{p}}=\sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s^2{}_j}=\sqrt{\frac{1}{m(n-1)}\sum_{j=1}^{m}\ \sum_{i=1}^{n}(x_{ij}-\bar{x}_j)^2} \qquad \text{(B.1.4)}$$

求得高可靠度的合并样本标准差。

对于下屈服力F_{el}有：

$$s_{\mathrm{p},F_{el}}=\sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s_j{}^2}=\sqrt{\frac{1}{10}\times 2.663432}=0.516\ \ \mathrm{kN}$$

合并样本标准差s_{p}是否可以应用，必须经过判定。为此，首先求出标准差数列s_j的标准差：

$\hat{\sigma}(s)=\sqrt{\dfrac{\sum_{j=1}^{m}(s_j-\bar{s})^2}{m-1}}$，对于$F_{el}$经统计计算，有$\hat{\sigma}_{F_{el}}(s)=0.243\ kN$

而根据公式（B.1.5）

$$\hat{\sigma}_{估,}(s)=\frac{s_{\mathrm{p}}}{\sqrt{2(n-1)}} \qquad \text{（B.1.5）}$$

可得：

$$\hat{\sigma}_{估，F_{el}}(s)=\frac{s_{p,F_{el}}}{\sqrt{2(n-1)}}=\frac{0.516}{\sqrt{2(3-1)}}=0.258kN$$

表 B.1.1 下屈服力读数数据及计算表　　kN

组数 j		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
检测人员 i	第一人	121	120	122	119	121	121	118	120	122	117
	第二人	122	121	121	118	121	122	117	120	122	118
	第三人	121	120	122	118	121	121	118	120	121	117
标准差 s_j		0.577	0.577	0.577	0.577	0	0.577	0.577	0	0.577	0.577
下屈服力总平均值 $\overline{F}_{eL}$		120.07									

注：对于每根钢筋的拉伸试验，在试验过程中，由身高有差别的三位检测人员同时对下屈服力进行观测，这样 10 根试样就获得了如表 B.1.1 所示的 30 个数据。

表 B.1.2　最大力示值读数数据　　kN

组数 j		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
检测人员 i	第一人第一次	177	179	176	177	175	178	176	175	179	180
	第二次	177	179	176	178	175	177	175	175	179	180
	第二人第一次	178	180	176	178	176	178	175	176	180	181
	第二次	177	179	175	177	176	178	175	176	180	181
	第一人第一次	177	180	175	178	176	178	175	176	180	181
	第二次	178	180	175	178	176	178	176	175	180	180
标准差 s_j		0.516	0.548	0.548	0.516	0.516	0.108	0.516	0.548	0.516	0.548
最大力总平均值 $\overline{F}_m$		177.45									

注：对于每根试样，由三个检测人员分别从停留在最大力处的被动指针位置重复两次读取 F_m 值，共得 6 个 F_m 值（$n=6$）。

所以

$$\hat{\sigma}_{F_{eL}}(s)<\hat{\sigma}_{估,F_{eL}}(s)$$

这表明测量状态稳定，包括被测量也较稳定，即 m 组测量列的各个标准差相差

不大，高可靠度的合并样本标准差$s_{\mathrm{p},F_{el}}$可以应用（否则只能采用s_j中的$s_{\max}$）。在实际测定中，是以单次测量值（即$k=1$）作为测量结果，所以，欲求的标准不确定度分量是：

$$u(F_{el,1})=\frac{s_{\mathrm{p},F_{el}}}{\sqrt{k}}=\frac{0.516}{\sqrt{1}}=0.516\ kN$$

自由度：

$$\nu=m(n-1)=10(3-1)=20$$

对于最大试验力F_m有：

$$s_{\mathrm{p},F_m}=\sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s_j^2}=\sqrt{\frac{1}{10}\times 2.69896}=0.520\ \mathrm{kN}$$

标准差数列s_j的标准差为：

$$\hat{\sigma}_{F_m}(s)=0.0418\ \mathrm{kN}$$

而

$$\hat{\sigma}_{估,F_m}(s)=\frac{s_{\mathrm{p},F_m}}{\sqrt{2(n-1)}}=\frac{0.520}{\sqrt{2(6-1)}}=0.164\ \mathrm{kN}$$

因为

$$\hat{\sigma}_{F_m}(s)<\hat{\sigma}_{估F_m}(s)$$

所以测量状态稳定，包括被测量也较稳定，高可靠度的合并样本标准差s_{p,F_m}可以应用。因在实际测量中是以单次测量值(k=1)作为测量结果，所以不确定度分量是：

$$u(F_{m,1})=\frac{s_{\mathrm{p},F_m}}{\sqrt{k}}=\frac{0.520}{\sqrt{1}}=0.520\,\mathrm{kN}$$

自由度$\nu=m(n-1)=10(6-1)=50$

4.2.2 试验机示值误差所引起的标准不确定度分量$u(F_{el,2})$和$u(F_{m,2})$

所使用的 600 kN 液压万能试验机，经检定为 1 级，其示值误差为±1.0%,示值误差出现在区间[-1.0%～+1.0%]的概率是均匀的，可用 B 类评定，即：

$$u_{\mathrm{rel}}(F_{eL,2})=u_{\mathrm{rel}}(F_{m,2})=\frac{a}{k}=\frac{1\%}{\sqrt{3}}=0.577\%$$

其自由度计算可得：

$$\nu=\frac{1}{2}\left[\frac{\Delta u(x)}{u(x)}\right]^{-2}=\frac{1}{2}[0.10]^{-2}=50$$

由表 B.1.1 得 F_{el} 总平均值 $\overline{F}_{eL}=120.07$ kN,由表 B.1.3.2 得 $\overline{F}_m=177.45$ kN。所以，此因数引入的绝对不确定度是：

$$u(F_{eL,2})=\overline{F}_{eL}\times u_{\mathrm{rel}}(F_{el,2})=120.07\times0.577\%=0.6928\,\mathrm{kN}=692.8\ \mathrm{N}$$

$$u(F_{m,2})=\overline{F}_m\times u_{\mathrm{rel}}(F_{m,2})=177.45\times0.577\%=1.0238865\,\mathrm{kN}=1023.8865\,\mathrm{N}$$

4.2.3 标准测力仪所引入的标准不确定度 $u_{\mathrm{rel}}(F_{eL,3})$ **和** $u_{\mathrm{rel}}(F_{m,3})$

试验机是借助于 0.3 级标准测力仪进行校准的，该校准源的不确定度为 0.3%，置信因子为 2，故由此引入的 B 类相对标准不确定度为：

$$u_{\mathrm{rel}}(F_{eL,3})=u_{\mathrm{rel}}(F_{m,3})=\frac{0.3\%}{2}=0.15\%\ ,\quad \nu=50$$

所以，此因数所引入的绝对不确定度是：

$$u(F_{eL,3})=120.07\times0.15\%=0.180105\,\mathrm{kN}=180.105\,\mathrm{N}$$

$$u(F_{m,3})=177.45\times0.15\%=0.266175\,kN=266.175\,\mathrm{N}$$

④读数分辨力引入的标准不确定度分量 $u_{\mathrm{rel}}(F_{eL,4})$ 和 $u_{\mathrm{rel}}(F_{m,4})$

本试验选用的度盘量程为 300 kN，最小读数即分辨力 δx =1 kN,所以引入的标准不确定度分量为：

$$u(F_{eL,4})=u(F_{m,4})=0.29\delta x=0.29\times1=0.29\ \mathrm{kN}，自由度为\infty。$$

由于检测人员重复性、钢筋材质不均匀、试验机示值误差、标准测力仪校准源、读数分辨力所引起的不确定度分量间独立不相关，所以根据下式合成得到试验力值测量所引起的绝对标准不确定度总分量，即，对下屈服力有：

$$\begin{aligned}u(F_{eL})&=\sqrt{u^2(F_{eL,1})+u^2(F_{eL,2})+u^2(F_{eL,3})+u^2(F_{eL,4})}\\&=\sqrt{516^2+692.8^2+180.105^2+290^2}=928.85\,N\end{aligned}$$

对最大力有：

$$\begin{aligned}u(F_m)&=\sqrt{u^2(F_{m,1})+u^2(F_{m,2})+u^2(F_{m,3})+u^2(F_{m,4})}\\&=\sqrt{520^2+1023.8865^2+266.175^2+290^2}=1213.96\,\mathrm{N}\end{aligned}$$

由韦尔奇一萨特斯韦特（Welch-Satterthwaite）公式可分别求得 $u(F_{eL})$ 和 $u(F_{\mathrm{m}})$

的自由度为：$\nu_{F_{eL}}=91$，$\nu_{F_m}=92$。

4.3 试样原始标距和断后标距长度测量所引起的标准不确定度分量 $u(L_0)$ 和 $u(L_u)$

4.3.1 试样原始标距测量所引起的标准不确定度分量 $u(L_0)$

试样原始标距 L_0 =100 mm,是用 10～250 mm 的打点机一次性作出标记，打点机经政府计量部门检定合格,极限误差为±0.5%,且服从均匀分布,因此所给出的相对不确定度是:

$$u_{\mathrm{rel}}(L_0)=\frac{0.5\%}{\sqrt{3}}=0.289\,\%$$

则有：

$$u(L_0)=|L_0|u_{\mathrm{rel}}(L_0)=100\times\frac{0.289}{100}=0.289\ \mathrm{mm}$$

自由度

$$\nu=50$$

4.3.2 断后标距长度测量所引起的标准不确定度分量 $u(L_{u,1})$

断后标距 L_u 的测量数据见表 B.1.3。表中每根试样的 L_u 长度分别由两位检测人员根据标准的规定测试 3 个数据，每根试样都得到了如表 B.1.3 所列的 6 个数据，因此，从数据而言，一根试样就具有一组数据，共 10 组数据。每组数据的标准差由贝塞尔公式求出，进而由式(B.1.4)求得合并样本标准差 s_{p}：

$$s_{\mathrm{p},L_u}=\sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s_j^{\,2}}=\sqrt{\frac{1}{10}\times0.02552305}=0.0505\ \mathrm{mm}$$

表 B.1.3　断后标距的测量数据　　单位：mm

组数 j		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
检测人员 i	第一人第一次	120.66	121.32	121.62	122.38	120.16	119.86	123.36	121.08	122.12	120.56
	第二次	120.60	121.12	121.58	122.42	120.18	119.80	123.32	121.10	122.20	120.50
	第三次	120.56	121.22	121.56	122.38	120.20	119.88	123.38	121.16	122.16	120.52
	第二人第一次	120.44	121.12	121.68	122.40	120.22	119.80	123.40	121.12	122.20	120.54
	第二次	120.52	121.08	121.70	122.44	120.26	119.82	123.42	121.16	122.24	120.50
	第三次	120.54	121.10	121.70	122.42	120.24	119.86	123.38	121.14	122.18	120.52

	平均值	120.55	121.16	121.64	122.41	120.21	119.84	123.38	121.13	122.18	120.52
标准差 s_j		0.0745	0.0921	0.0620	0.0242	0.0374	0.0345	0.0345	0.0327	0.0408	0.0234
L_u 的数学期望		121.30									

注：表中的每一个 L_u 值都是根据 GB/T 228.1-2010 中 11.1 的规定对 L_u 进行测量而得到，但需指出的是表中每个 L_u 值测量前都必须重新将试样断裂部分仔细地配接在一起使其轴线处于同一直线上，然后再用计量合格的游标卡尺进行测量，得到 L_u 值，经统计 L_u 的数学期望 $\overline{L_u}$ ＝121.30mm。

经统计，标准差数列的标准差为：

$$\hat{\sigma}_{L_u}(s)=0.0229$$

而

$$\hat{\sigma}_{估,L_u}(s)=\frac{s_{p,L_u}}{\sqrt{2(n-1)}}=\frac{0.0505}{\sqrt{2(6-1)}}=0.0160\ \text{mm}$$

可见 $\hat{\sigma}_{L_u}(s)>\hat{\sigma}_{估L_u}(s)$ 所以经判定测量状态不稳定，不可采用同一个 s_{p,L_u} 来评定测量 L_u 的不确定度，这是因为对于它的测量，根据方法标准 GB/T 228.1-2010 的规定每次测量前需要重新将试样断裂处仔细配接，因为不同的人员，甚至同一人员每次配接的紧密程度、符合程度、两段试样的同轴度等很难掌握得每次完全一样，所以导致了 L_u 的测试不太稳定。从表 B.1.3 中各组数据的标准差可看出各组之间的标准差差异较大，而对于如表 B.1.1 和表 B.1.2 的试验力测量就不存在此类问题，一般各组数据的标准差之间差异就较小，说明测量状态稳定，经判定，可用高可靠度的合并样本标准差来评定测量不确定度。而对于 L_u 的测试，就只能用 s_j 中的 s_{max} 来进行评定，从表 B.1.3 中知，第 2 组数据（即第 2 根试样）的标准差为最大值 s_{max} =0.0921mm,由于在实际测试中以单次测量值（ $k=1$ ）作为测量结果，所以：

$$u(L_{u,1})=\frac{s_{max}}{\sqrt{k}}=0.0921\ \text{mm}$$

自由度：

$$\nu=n-1=6-1=5$$

4.3.3 测量断后标距离 L_u 所用量具的误差引入的标准不确定度分量 $u(L_{u,2})$

试样断后标距 L_u ,是用 0—150 mm 的游标卡尺测量的,经计量合格,证书给出的极限误差为±0.02 mm 也服从均匀分布,其标准不确定度分量为：

$$u(L_{u,2})=\frac{a}{\sqrt{3}}=\frac{0.02}{\sqrt{3}}=0.01155\ \text{mm}$$

自由度

$$\nu=50$$

由于两分量独立无关，所以断后标距测量所引入的标准不确定度分量

$$u(L_u)=\sqrt{u^2(L_{u,1})+u^2(L_{u,2})}=\sqrt{0.0921^2+0.01155^2}=0.09282\ \text{mm}$$

自由度

$$\nu_{L_u}=5$$

4.4 数值修约所引起的标准不确定度分量 $u(R_{rou})$ 和 $u(A_{rou})$ 的评定

我国 GB/T 228.1-2010 标准第 22 条规定：“试样测定的性能结果数值应按照相关产品标准的要求进行修约。如未规定具体要求，应按照如下要求进行修约：强度性能修约到 1 MPa；屈服点延伸率修约到 0.1%，其他延伸率和断后延伸率修约到 0.5%；断面收缩率修约到 1%”。日常工作中，在许多情况下未规定具体要求，因此，应按照标准要求进行修约。这必定引入了不确定度，这可用 B 类方法来评定。对于金属材料拉伸性能试验结果的数值修约所引入的不确定度，按照 B 类不确定度的评定公式，修约间隔为 δx ，则 $u(x)=0.29\delta x$ 。

对于本例强度的数学期望是：

$$\overline{R}_{eL}=\frac{\overline{F}_{eL}}{\overline{S_0}}=\frac{\overline{F}_{eL}}{\frac{\pi}{4}\overline{d}^2}=\frac{120.07\ \text{KN}}{\frac{1}{4}\pi\times(20\text{mm})^2}=382.145=382\ \ \text{N/mm}^2$$

$$\overline{R}_m=\frac{\overline{F}_m}{\overline{S_0}}=\frac{\overline{F}_m}{\frac{\pi}{4}\overline{d}^2}=\frac{4\times177.45\ \text{KN}}{\pi\times(20\text{mm})^2}=564.768=565\ \ \text{N/mm}^2$$

断后伸长率的数学期望为：

$$\overline{A}=\frac{\overline{L_u}-L_0}{L_0}=\frac{121.30-100.00}{100.00}=21.30\%=21.5\%$$

可见本例强度的修约间隔为 1 N/mm^2，伸长率的修约间隔为 0.5%,由 $u(x)=0.29\delta x$ 可得：

$$u(R_{eL,rou}) = 0.29 \times 1 = 0.29\ N/mm^2$$

$$u(R_{\mathrm{m},rou}) = 0.29 \times 1 = 0.29\ N/mm^2$$

$$u(A_{rou}) = 0.29 \times 0.5\% = 0.14\%$$

自由度皆为∞。

5 合成标准不确定度的计算

因钢筋试样直径允许偏差、试验力、原始标距和断后标距的测量所引入的不确定度以及数值修约（最终结果经数值修约而得到，所以对最终结果而言，修约也相当于输入）所引入的不确定度之间彼此独立不相关。因此，由下式计算合成标准不确定度：

因为

$$u_{\mathrm{c}}^2(y) = \sum_{i=1}^{N} [\frac{\partial f}{\partial x_i}]^2 u^2(x_i) = \sum_{i=1}^{N} c_i^2 \cdot u^2(x_i) = \sum_{i=1}^{N} u_i^2(y)$$

所以

$$u_{\mathrm{c}}^2(R_{eL}) = u_1^2(R_{eL}) + u_2^2(R_{eL}) + u_3^2(R_{eL})$$

即

$$u_{\mathrm{c}}^2(R_{eL}) = c_{F_{eL}}^2 u^2(F_{eL}) + c_{d,eL}^2 u^2(d) + u^2(R_{eL,rou})$$

$$u_{\mathrm{c}}^2(R_m) = c_{F_m}^2 u^2(F_m) + c_{d,m}^2 u^2(d) + u^2(R_{m,rou})$$

$$u_{\mathrm{c}}^2(A) = c_{L_u}^2 u^2(L_u) + c_{L_0}^2 u^2(L_0) + u^2(A_{rou})$$

由测量模型式（B.1.1）、（B.1.2）、（B.1.3）对各输入量求偏导数，可得相应的不确定度灵敏系数：

$$c_{F_{eL}} = \frac{\partial R_{eL}}{\partial F_{eL}} = \frac{4}{\pi d^2} \quad c_{d,eL} = \frac{\partial R_{eL}}{\partial \bar{d}} = -\frac{8F_{eL}}{\pi d^3}$$

$$c_{F_m} = \frac{\partial R_m}{\partial F_m} = \frac{4}{\pi d^2} \quad c_{d,m} = \frac{\partial R_m}{\partial \bar{d}} = -\frac{8F_m}{\pi d^3}$$

$$c_{L_u} = \frac{\partial A}{\partial \bar{L}_u} = \frac{1}{L_0} \quad c_{L_0} = \frac{\partial A}{\partial L_0} = -\frac{\bar{L}_u}{L_0^2}$$

将各数据代入上式得：

$$c_{F_{eL}} = \frac{4}{\pi \times 20^2} = 0.00318\ \mathrm{mm}^{-2}\ ; \quad c_{d,eL} = -\frac{8 \times 120070}{\pi \times 20^3} = -38.22\ \mathrm{N/mm}^3$$

$$c_{F_m}=\frac{4}{\pi\times 20^2}=0.00318\ \text{mm}^{-2}\quad;\quad c_{d,m}=-\frac{8\times 177450}{\pi\times 20^3}=-56.48\ \text{N/mm}^3$$

$$c_{L_u}=\frac{1}{100}=0.001\ \text{mm}^{-1}\quad;\quad c_{L_0}=\frac{-121.30}{100^2}=-0.01213\ \text{mm}^{-1}$$

计算所需的标准不确定度分量汇总于表 B.1.4。

表 B.1.4 标准不确定度分量汇总表

分量	不确定度来源	标准不确定度分量 $u(x_i)$ 值	自由度 ν
$u(d)$	钢筋公称直径的允许偏差	$u(d)=0.289\,\text{mm}$	∞
$u(F_{eL})$	下屈服力的测量	$u(F_{eL})=928.85\,\text{N}$	91
	人员重复性及材质的不均匀性	$u(F_{eL,1})=516\,\text{N}$	20
	实验机示值误差	$u(F_{eL,2})=692.8\,\text{N}$	50
	标准测力仪的不确定度	$u(F_{eL,3})=180.105\,\text{N}$	50
	试验机读数分辨力	$u(F_{eL,4})=290\,\text{N}$	∞
$u(F_m)$	最大试验力的测量	$u(F_m)=1213.96\,\text{N}$	92
	人员重复性及材质的不均匀性	$u(F_{m,1})=520\,\text{N}$	50
	实验机示值误差	$u(F_{m,2})=1023.8865\,\text{N}$	50
	标准测力仪的不确定度	$u(F_{m,3})=266.175\,\text{N}$	50
	试验机读数分辨力	$u(F_{m,4})=290\,\text{N}$	∞
$u(L_0)$	打点机误差	$u(L_0)=0.289\,\text{mm}$	50
$u(L_u)$	断后标距长度测量	$u(L_u)=0.09282\,\text{mm}$	5
	测量重复性	$u(L_{u,1})=0.0921\ \text{mm}$	5
	量具误差	$u(L_{u,2})=0.01155\,\text{mm}$	50
$u(R_{eL,rou})$	数值修约(间隔为 1 N/mm^2)	0.29 N/mm^2	∞
$u(R_{m,rou})$	数值修约(间隔为 1 N/mm^2)	0.29 N/mm^2	∞
$u(A_{rou})$	数值修约(间隔为 0.5%)	0.14 %	∞

将各不确定度分量和不确定度灵敏系数代入计算公式，有：

$$u_c^2(R_{eL})=0.00318^2(\text{mm}^{-2})^2\times(928.85\text{N})^2+[-38.22]^2(\frac{\text{N}}{\text{mm}^3})^2\times(0.289\text{mm})^2+(0.29\text{N/mm}^2)^2$$

$$u_c^2(R_m)=0.00318^2(\text{mm}^{-2})^2\ \times(1213.96\ \ \text{N})^2+[-56.48]^2(\frac{\text{N}}{\text{mm}^3})^2\times(0.289\,\text{mm})^2+(0.29\,\text{N/mm}^2)^2$$

$$u_c^2(A)=\frac{1}{(1000\,\mathrm{mm})^2}\times(0.09282\,\mathrm{mm})^2+[-0.01213]^2(\mathrm{mm}^{-1})^2\times(0.289\,\mathrm{mm})^2+(0.14\%)^2$$

经计算可得：

$u_c(R_{eL})=11.05\ \mathrm{N/mm^2}$； $u_c(R_m)=16.78\ \mathrm{N/mm^2}$； $u_c(A)=0.3776\ \%$

6 扩展不确定度的评定

扩展不确定度采用$U=ku_c(y)$的表示方法，即：

对本例，包含因子k取 2，因此有：

$$U(R_{eL})=2u_c(R_{eL})=2\times11.05=22.10=22\ \mathrm{N/mm^2}$$

$$U(R_m)=2u_c(R_m)=2\times16.78=33.56=34\ \mathrm{N/mm^2}$$

$$U(A)=2\times0.3776(\%)=0.7552(\%)=0.8(\%)$$

用相对扩展不确定度来表示，则分别是：

$$U_{\mathrm{rel}}(R_{eL})=\frac{U(R_{eL})}{R_{eL}}=\frac{22}{380}=5.8\%\text{；}$$

$$U_{\mathrm{rel}}(R_m)=\frac{U(R_m)}{R_m}=\frac{34}{565}=6.0\%\text{；}$$

$$U_{\mathrm{rel}}(A)=\frac{U(A)}{A}=\frac{0.8\%}{21.5\%}=3.7\%$$

7 测量不确定度的报告

本例所评定的钢筋混凝土用热轧带肋钢筋的下屈服强度、抗拉强度、断后伸长率测量结果的不确定度报告如下：

$R_{eL}=382\ \mathrm{N/mm^2}$； $U=22\ \mathrm{N/mm^2}$； $k=2$

$R_m=565\ \mathrm{N/mm^2}$； $U=34\ \mathrm{N/mm^2}$； $k=2$

$A=21.5\%$； $U=0.8\%$； $k=2$

其意义是：可以预期在符合正态分布的前提下，在(382-22)至(382+22)N/mm^{2}的区间包含了下屈服强度测量结果可能值的 95%；在(565-34)至(565+34)N/mm^{2}的区间包含了抗拉强度R_m测量结果可能值的 95%；在(21.5%-0.8%)至(21.5%+0.8%)的区间包含了断后伸长率A测量结果可能值的 95%。

如果以相对扩展不确定度的形式来报告，则可写为：

$R_{eL}=380\ \mathrm{N/mm^2}$； $U_{\mathrm{rel}}=5.8\%$； $k=2$

$$R_m = 565\,\mathrm{N/mm^2}\text{；}\quad U_{\mathrm{rel}} = 6.0\%\text{；}\quad k = 2$$

$$A = 21.5\%\text{；}\quad U_{\mathrm{rel}} = 3.7\%\text{；}\quad k = 2$$

B.2、金属材料维氏硬度试验检测结果测量不确定度的评定

1　概述

1.1　测量方法

依据 GB/T 4340.1-2009《金属维氏硬度试验 第 1 部分：试验方法》。

1.2　评定依据

ISO/IEC 17025:2005《检测和校准实验室能力的通用要求》；《JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示》；GB/T 4340.2-2009《金属维氏硬度试验 第 2 部分：硬度计的检验》；GB/T 3101-1993《有关量、单位和符号的一般原则》；GB/T 8170-2008《数值修约规则》。

1.3 环境条件

根据 GB/T 4340.1-2009 试验方法标准的规定，试验一般在室温 10 ℃～35 ℃范围进行(除非另有规定)。本例评定的试验温度为 26 ℃±2 ℃，湿度为 60％RH。

1.4　测量设备

应采用经计量部门检定合格的维氏硬度计，其准确度必须满足 GB/T 4340.2-2009 的规定。本例使用经计量单位检定合格的 FV-700 型（日本）硬度计。

1.5　被测对象

采用满足国家标准 GB/T 4340.1-2009 要求的金属材料维氏硬度试样。

1.6　测量过程

根据 GB/T 4340.1-2009，在规定环境条件下，对于满足标准要求的金属材料维氏硬度试样借助于计量合格的维氏硬度计，选用方法标准规定的合适的试验力和压头下降速度，采用标准规定的试验力保持时间及合适的压痕测量装置放大倍数测试压痕对角线平均值，通过查表或计算得到所测硬度值。作为实例，本文选用 98.07 N 试验力、力保持时间为 15 秒，在自动加力的情况下，测定维氏硬度值（*HV*10）。

2　建立测量模型

根据 GB/T 4340.1-2009 标准，维氏硬度测试原理的测量模型为：

$$HV = 0.1891\frac{F}{d^2}$$

(B.2.1)

式中

F —试验力，N

d —两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 的算术平均值，mm

3 测量不确定度来源的分析

主要来源：两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 算术平均值 d 的测量误差引起的不确定度分量；试验力值误差所引起的不确定度分量；测量结果进行数值修约所导致的不确定度分量。在一些分量中又包括了检测人员测量过程及硬度计测量误差所带来的不确定度分量。

4 标准不确定度分量的评定

4.1 两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 均值 d 的测量误差引起的标准不确定度分量 $u(d)$

4.1.1 检测人员在测量压痕对角线长度 d_1 和 d_2 均值 d 时引入的标准不确定度分量 $u_1(d)$

这可由多个测量人员多次重复测量的结果，用统计方法进行计算对角线的平均值测量所引起的不确定度，此测量重复性引入的不确定度，不仅包含了多个测量人员的重复性，也包含了试样材料的均匀性和稳定性对示值的影响，采用 A 类方法进行评定。经验表明，由于人员的重复性、硬度计的允许差、试样的均匀度等多种因素的影响，使得维氏硬度每点的测量值具有一定的分散性。特别是对于中标尺和低标尺，这种分散性就更大。计算表明，不宜采用合并样本标准差来评定。为此，本方法建议采用贝塞尔公式计算出实验标准差 S 来计算标准不确定度，即：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(d_i - \overline{d})^2}{n-1}}$$

(B.2.2)

式中

d_i —两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 的平均值的第 i 次测试值，mm

n —测试的总次数

压痕对角线长度总平均值为：

$$\bar{d} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} d_i \text{，单位为 mm}$$

每个试样报出三个点的硬度测试值，即测试结果取观测列任一次值 d_i (观测次数 $k = 1$)，所以欲求的标准不确定度为：

$$u_1(d) = \frac{s}{\sqrt{k}} = s$$

自由度

$$\nu = n - 1$$

此项评定的数据及计算结果见表 B.2.1。

表 B.2.1 d 值的测量数据及标准不确定度分量计算表 mm

人次		第一人			第二人			第三人		
d_1 值		d_1 (mm)	d_2 (mm)	平均值 d_i (mm)	d_1 (mm)	d_2 (mm)	平均值 d_i (mm)	d_1 (mm)	d_2 (mm)	平均值 d_i (mm)
次数	1	0.2945	0.2942	0.2944	0.2964	0.2952	0.2958	0.2964	0.2952	0.2958
	2	0.2945	0.2961	0.2953	0.2955	0.2952	0.2954	0.2964	0.2952	0.2958
	3	0.2945	0.2933	0.2939	0.2964	0.2961	0.2962	0.2955	0.2952	0.2954
	4	0.2936	0.2942	0.2939	0.2964	0.2952	0.2958	0.2974	0.2952	0.2963
	5	0.2945	0.2952	0.2948	0.2955	0.2952	0.2954	0.2964	0.2952	0.2958
	6	0.2964	0.2952	0.2958	0.2974	0.2971	0.2972	0.2974	0.2971	0.2972
	7	0.2926	0.2961	0.2944	0.2955	0.2981	0.2968	0.2964	0.2981	0.2972
	8	0.2945	0.2933	0.2939	0.2945	0.2952	0.2948	0.2964	0.2961	0.2962
	9	0.2955	0.2933	0.2944	0.2974	0.2971	0.2972	0.2993	0.2914	0.2954
	10	0.2964	0.2971	0.2968	0.2984	0.2987	0.2990	0.2984	0.2990	0.2987
	11	0.2955	0.2942	0.2948	0.2984	0.2961	0.2972	0.2974	0.2961	0.2968

	12	0.2945	0.2961	0.2953	0.2974	0.2981	0.2978	0.2984	0.2981	0.2982
总平均值	$\bar{d}=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}d_i=0.2960$									
试验标准差	$s=\sqrt{\sum_{i=1}^{m}(d_i-\bar{d})^2\Big/(n-1)}=0.001316$									
不确定度	$u_1(d)=s=0.001316$									
自由度	$\nu=n-1=36-1=35$									

根据 GB/T 4340.1-2009，试样结果是取观测列的任一次 d_i 值($k=1$)，所以欲求的不确定

度分量为：

$$u_1(d)=\frac{s}{\sqrt{k}}=s=0.001316\ \text{mm}$$

4.1.2 维氏硬度计压痕测量装置允许误差所引起的不确定度分量 $u_2(d)$

本评定所使用的维氏硬度计经计量检定为合格，其压痕测量装置符合 GB/T4340.2-2009 的要求，为此，由压痕测量装置允许误差所引起的不确定度分量 $u_2(d)$ 用 B 类方法评定，允许误差为均匀分布，所以：

$$u=\frac{a}{\sqrt{3}}$$

式中 a 为允许误差的半宽，其结果如表 B.2.2 所示。

表 B.2.2　d 值测量装置允许误差所引起的不确定度分量 $u_2(d)$　　单位 mm

压痕对角线长度 d	测量装置的分辨力	最大允许误差	$u_2(d)$
$d\leq0.040$	0.0002	±0.0004	0.000231
$0.040<d$	0.5% d	±1.0% d	0.577% d

注：表中 $u_2(d)$ 值未经合成，不是最后结果，所以为减少在计算过程中的修约误差，$u_2(d)$ 值至少保留三位有效位数。

对于本例因为 $\bar{d}=0.2960\,\text{mm}>0.200\,\text{mm}$，所以由表 B.2.2，得：

$$u_2(d)=0.001155\ \text{mm}$$

由于 $u_1(d)$ 和 $u_2(d)$ 之间彼此不相关，所以两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 的平均值 d 测量误差引起的标准不确定度可用方和根合成，将所得结果代入可得：

$$u(d)=\sqrt{u_1^2(d)+u_2^2(d)}=\sqrt{0.001316^2+0.001155^2}=0.001751\ \text{mm}$$

4.2 试验力值测量误差所引起的标准不确定度分量 $u(F)$

试验力值的测量误差，对于现代化的自动加力型硬度计，取决于硬度计固有的试验力允许误差。对于老式的手动加力型硬度计，与操作有关。然而，加力大小的最终结果都表现在压痕对角线均值 d 的大小上，从而造成硬度值的测量误差。对于检测实验室，其使用的硬度计，应通过计量部门的检定，测量允许差均应满足 GB/T 4340.2-2009 的要求。因此，试验力值测量误差，由硬度计的试验力允许差决定。由此引起的分量由表 B.2.3 所示。

表 B.2.3 试验力值测量误差所引起的标准不确定度分量 $u(F)$

试验力范围 F， N	允差，%	$u_{\text{rel}}(F)$，%
$F\geq 1.961$	±1.0	0.577
$0.09807\leq F<1.961$	±1.5	0.866

注：表中 $u(F)$ 值未经合成，不是最后结果，所以为减少在计算过程中的修约误差，$u(F)$ 值至少保留三位有效位数。

对于本例，由于 F 为 98.07 N,所以由表 B.2.3 得：

$$u(F_{98.07})=u_{\text{rel}}(F)\times F=0.577\%\times 98.07=0.5659\ \text{N}$$

4.3 硬度测试值进行数值修约所导致的不确定度分量 $u_{rou}(HV)$

GB/T 4340.1－2009 标准的条款中对硬度测试值数值修约没有给出明确的规定，但仔细

表 B.2.4 HV 值的修约间隔和它的不确定度以及推荐的 U 值有效位数

标准 GB/T 4340.1-2009 附录 C 给出的 HV 修约间隔				修约间隔导致的测量不确定度 $u_{rou}(HV)$	建议最终评定结果扩展不确定度 U 所取的有效位数
维氏硬度种类		HV 值的区域	修约间隔		
显微维氏(GB/T 4340.4-2009 标准表 1)	HV0.001、HV0.002、HV0.005、HV0.01、HV0.02、HV0.025、HV0.05、HV0.1	≧100	10^{-1}	0.029	2 位*
		＜100	10^{-2}	0.0029	2 位**

小负荷维氏硬度(GB/T 4340.4-2009 标准表 2)	*HV*0.2、*HV*0.5、*HV*1、*HV*2、*HV*2.5、*HV*3	≧100	10^0	0.29	1 位***
	*HV*0.3	≧83	10^0	0.29	1 位***
	*HV*0.2、*HV*0.5、*HV*1、*HV*2、*HV*2.5、*HV*3	＜100	10^{-1}	0.029	2 位*
	*HV*0.3	10≦*HV*0.3＜83	10^{-1}	0.029	2 位*
		＜10	10^{-2}	0.0029	2 位**
维氏(GB/T 4340.4-2009 标准表 3)	*HV*5、*HV*10、*HV*20、*HV*30、*HV*50、*HV*100	≧100	10^0	0.29	1 位***
		10≦*HV*＜100	10^{-1}	0.029	2 位*
		＜10	10^{-2}	0.0029	2 位**

注：表中，*表示此时 U 整数部分为 1 位，U 取二位；**表示 U 整数部分为 0 时或 U 的整数部分为 1 位，如 U ＝2.4，则此时 U 可书写为 U ＝0.24×10 的形式，U 取二位有效数字；***表示此时 U 取一位，且是小于 10 的整数。以上所有情况 U 的修约间隔与 *HV* 值的修约间隔完全一致。

统观 GB/T 4340.4－2009 标准的表 B.2.1、表 B.2.2 和表 B.2.3 给出的数据，经分析汇总得到了如表 B.2.4 所列的对于不同类型的维氏硬度及 *HV* 值区域的修约间隔规律。因为数值修约必定导致不确定度的产生，如果修约间隔为 δx，则不确定度分量 $u_{rou}(x)=0.29\delta x$，本文也一同将计算结果列于表 B.2.4。 必须指出，*HV* 值的最终结果经数值修约而得到，所以对最终结果而言，修约也相应于输入。它与其它分量彼此独立不相关，但它对输出产生影响，自然应该参与合成。在评定过程中视维氏硬度种类和 *HV* 值的区域，其相应的不确定度 $u_{rou}(HV)$ 可由表 B.2.4 查得。对于本例，经测试该金属材料维氏硬度值可由式（B.2.1）计算得到（当然也可查 GB/T4340.4－2009 标准的表 B.2.3 而得到。

$$HV10=0.1891\frac{F}{d^2}=0.1891\times\frac{98.07}{0.2960^2}=211.6627=212\ \mathrm{N/mm^2}>100\ \mathrm{N/mm^2}$$

因此，由表 B.2.4 可得硬度测试值进行数值修约所导致的不确定度分量是：

$u_{rou}(HV)=0.29\ \mathrm{N/mm^2}$

5 合成标准不确定度的计算

计算合成标准不确定度时，为避免遗漏且方便计算，最好列出上叙评定的标准不确定分量汇总表。见表 B.2.5。因两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 的测量误差引起的标准不确定度分量 u(d) 和试验力值测量误差所引起的标准不确定度分量 $u(F)$ 以及硬度值数值修约所导致的不确定度分量 $u_{rou}(HV)$ 之间彼此独立不相关。因此，合成标准不确定度可按如下公式进行计算，所以有：

$$\begin{aligned} u_c^2(HV) &= u_F^2(HV) + u_d^2(HV) + u_{rou}^2(HV) \\ &= c_F^2 u^2(F) + c_d^2 u^2(d) + u_{rou}^2(HV) \end{aligned}$$

根据维氏硬度的测量模型式（B.2.1），不确定度灵敏系数 c_F 和 c_d 分别为：

表 B.2.5 标准不确定度分量汇总表

分量 $u(x_i)$	不确定度来源	$u(x_i)$ 值
u(d)	压痕对角线长度 d_1 和 d_2 均值 d 的测量误差，其中包括：	0.001751(mm)
u_1(d)	检测人员测量重复性，试样均匀性和稳定性	0.001316(mm)
u_2(d)	硬度计压痕测量装置允许误差	0.001155(mm)
$u(F)$	试验力值测量误差	0.5659(n)
$u_{rou}(HV)$	HV 测试值数值修约	0.29 N/mm^2

$$c_F = \frac{\partial HV}{\partial F} = 0.1891 \times \frac{1}{d^2} \tag{B.2.3}$$

$$c_d = \frac{\partial HV}{\partial d} = -2 \times 0.1891 \times \frac{F}{d^3} \tag{B.2.4}$$

因为 c_F 式(B.2.3)也可写为：

$$\frac{\Delta HV}{\Delta F} = \frac{0.1891}{d^2}$$

同时注意到：

$$HV = 0.1891 \times \frac{F}{d^2}$$

所以有：

$$\frac{\Delta HV}{HV} = \frac{\Delta F}{F}$$

同理由c_d式（B.2.4）并注意到式（B.2.1），可推得：

$$\frac{\Delta HV}{HV}=-2\times\frac{\Delta d}{d}$$

这说明，试验力误差直接影响维氏硬度值。当试验力误差为±1％时，维氏硬度值产生的误差也为±1％，且是正相关关系；而两压痕对角线误差也直接影响维氏硬度值，且是负相关关系，即当对角线误差为±1％时，会引起-2％～+2％的维氏硬度误差。可见两压痕对角线误差对维氏硬度的影响较试验力误差对维氏硬度的影响来得大。所以c_F或c_d也称之为不确定灵敏系数或灵敏系数。将不确定度灵敏系数的结果，即式（B.2.3）和（B.2.4）代入方和根公式有：

$$u_{\mathrm{c}}(HV)=\sqrt{\frac{0.03576}{d^4}u^2(F)+\frac{0.1430F^2}{d^6}u^2(d)+u_{rou}^2(HV)} \qquad \text{（B.2.5）}$$

为此，将通过评定所测得的压痕均值d、不确定度分量$u(F)$、$u(d)$和$u_{rou}(HV)$及相应试验力F代入上式，即可求得相应试验力下的标准合成不确定度$u_c(HV)$。对于本例：

$$u_{\mathrm{c}}(HV)=\sqrt{\frac{0.03576}{0.2960^4}\times 0.5659^2\left(\mathrm{N}^2/\mathrm{mm}^4\right)+\frac{0.1430\times 98.07^2}{0.2960^6}\left(\mathrm{N}^2/\mathrm{mm}^6\right)\times 0.001751^2\left(mm^2\right)+0.29^2\left(\mathrm{N}^2/\mathrm{mm}^4\right)}$$
$$=2.801\ \mathrm{N/mm}^2$$

6　扩展不确定度的评定

对于本例，扩展不确定度为：$U=2u_{\mathrm{c}}(HV)=2\times 2.801=5.602\ \ \mathrm{N/mm}^2$

由表 B.2.1.4，因$HV10=212>100$,所以U取 1 位有效位数，即$U=6\ \ \mathrm{N/mm}^2$

7　测量不确定度的报告

本例的报告为：

$$HV10=212,U=6,k=2$$

此报告的意义是：可以预期在符合正态分布的前提下，此金属材料维氏硬度$HV10$的测试值在$(212-6)$～$(212+6)\ \mathrm{N/mm}^2$的区间包含了$HV10$值测量结果可能值的95%。

B.3、金属材料夏比冲击试验检测结果测量不确定度的评定

1 概述

1.1 测量方法

GB/T 229－2007《金属夏比缺口冲击试验方法》。

1.2 评定依据

JJF 1059.1－2012《测量不确定度评定与表示》；GB/T 3808-2002《摆锤式冲击试验机的检验》；GB/T 18658－2002《摆锤式冲击试验机用夏比 V 型缺口标准试样》JJG 145－2007《摆锤式冲击试验机》检定规程。

1.3 环境条件

根据标准 GB/T 229－2007 的 8.2.1 条款的规定，室温冲击试验应在 23 ℃±5 ℃范围进行。本试验温度 22 ℃±2 ℃，相对湿度≤70％,而且应用综合评定法对冲击试验结果进行了测量不确定度的评定。

1.4 测量设备

应采用经国家计量部门检定合格的摆锤式冲击试验机。在本例中对某结构钢（高能量）的冲击试验采用经国家计量部门检定合格的 RKP450 摆锤式冲击试验机（300J/450J,德国制造）进行；对某研制钢材（低能量）则采用经国家计量部门检定合格的 JB－5 摆锤式冲击试验（中国吴忠材料试验机厂制造）进行。

1.5 被测对象

取样满足 GB/T 2975－1998 标准要求，试验的形状、缺口状态、尺寸及加工满足 GB/T 229－2007 标准要求的夏比冲击检测试样。本例的材料试样为满足上述标准要求的高能量的某结构钢和低能量的某研制钢材试样。

1.6 测量过程

按照 GB/T 229－2007 标准规定的试验方法，采用国家计量部门检定合格，并满足GB/T 3808-2002标准要求的摆锤式冲击试验机对被测对象进行冲击试验，得到试样的冲击吸收功。

1.7 评定结果的使用

在符合上述条件下的测量结果，一般可直接使用本评定结果，其它可应用本不确定度的评定方法。

2 测量模型

无论是利用表盘式或数显式摆锤冲击试验机进行试验，当试样冲断后，其测

量结果－冲击吸收功就可直接从表盘或数显装置得到，因此测量模型采用综合评定法的模型，即写为：

$$y = x \tag{B.3.1}$$

式中

x－被测试样冲击吸收功的读出值，J；

y－被测试样冲击吸收功的检测结果，J 。

3　测量不确定度来源分析

在试验方法、工作冲击试验机、标样及标准试验机分别满足 GB/T 229－2007、GB/T 3808－2002 和 GB/T 18658－2002 标准要求的前提下，试样冲击吸收功测量结果不确定度的主要来源是：试验结果重复性引入的不确定度分量 $u(x_1)$，此分量中包含了试样材质的不均匀性、人员操作、试样加工及试验条件的差异等因素；工作试验机误差所引入的不确定度分量 $u(x_2)$；检验工作试验机所使用的标准试样偏差所引入的不确定度分量 $u(x_3)$；根据 GB/T 229－2007 和 GB/T 8170－2008 标准对测量结果进行数值修约所引入的不确定度分量 $u(x_4)$。

必须指出，在评定不确定度时影响因素不能重复，也不能遗漏，重复会导致评定的不确定度过大，遗漏则会偏小。如考虑了试验最后结果重复性的不确定度分量，就不能再考虑试验机本身的重复性所引入的分量。因为冲击最后结果的重复性显然包括了试验机本身重复性的贡献。同理，试验机本身的误差所引入的不确定度分量就包含了 F、L、α、β、试验机分辨力、示值偏差等多个因素偏差对不确定度的贡献，因而这些因素就不必单独再考虑。否则造成了重复，导致所评定的不确定度过大，这在评定时应引起注意。

4　不确定度分量的评定

4.1　试验结果重复性所引入的不确定度分量 $u(x_1)$

由于试样不同材料材质的均匀性、每批甚至每个试样的加工、不同检测人员的操作甚至同一人员各次的操作、各个工作试验机的重复性等因素都在不同程度上存在着差异，因此，上述因素引起的试验重复性所引入的不确定度分量必须加以评定。这可对多个试样由不同人员及同一人员多次的操作重复测试所得到的多组观测列，通过统计得到标准差来进行评定（即采用 A 类评定方法），而且为了

提高其可靠性，建议采用高可靠度的合并样本标准差 s_p 来进行评定。在本评定中，由冲击岗位上的 3 个人员，每人进行两组试验。每组 10 个试样，对于两种钢材试样试验评定数据分别见表 B.3.1 和 B.3.2。

表 B.3.1　某结构钢冲击试验重复性评定数据　　单位：J

人次	第一人		第二人		第三人	
次数	第 1 组冲击值读数	第 2 组冲击值读数	第 3 组冲击值读数	第 4 组冲击值读数	第 5 组冲击值读数	第 6 组冲击值读数
1	211	199	221	203	197	215
2	204	208	209	199	209	203
3	225	216	218	191	211	196
4	222	195	199	208	202	209
5	196	225	195	225	221	207
6	189	223	205	208	196	196
7	201	194	213	198	188	220
8	212	206	198	226	206	205
9	202	195	223	201	201	193
10	191	205	201	213	202	217
样本平均值 $\overline{A}_{k,j}$	205.3	206.6	208.2	207.2	203 .3	206.1
样本标准差 s_j	12.17	11.48	10.15	11.43	9.117	9.351
总平均值 $\overline{A}_k$	$\overline{A}_k = \frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}\overline{A}_{k,j} = 206$					
合并样本标准差 s_p	$s_p = \sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s_j^2} = 10.68$					

注：试样名义尺寸：10×10×55 (mm)

表 B.3.2 某研制钢材冲击试验重复性评定数据　　单位：J

人次	第一人		第二人		第三人	
次数	第 1 组冲击值读数	第 2 组冲击值读数	第 3 组冲击值读数	第 4 组冲击值读数	第 5 组冲击值读数	第 6 组冲击值读数
1	25	28	19	30	24	22
2	24	26	27	28	27	26
3	27	24	26	20	27	25
4	24	22	22	26	27	25
5	23	23	28	28	25	23
6	23	25	26	27	26	22
7	22	26	24	26	22	26
8	26	27	25	23	25	25
9	28	20	27	26	24	27
10	22	26	20	24	26	23
样本平均值 $\overline{A}_{k,j}$	24.4	24.7	24.4	25.8	25.3	24.4
样本标准差 s_j	2.066	2.452	3.098	2.860	1.636	1.776
总平均值 $\overline{A}_k$	$\overline{A}_k = \frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}\overline{A}_{k,j} = 25$					
合并样本标准差 s_p	$s_p = \sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m}s_j^2} = 2.377$					

注：试样名义尺寸：10×10×55 (mm)

在表 B.3.1 和 B.3.2 中，由实验室冲击试验岗位上的三位人员，每人进行两组试样的冲击试验（每组为 10 个试样，即每组进行 10 次冲击试验），三人共六组。如果条件允许（如试样数量足够并人员较多等）还可增加人员或组数或次数。这样所获得的自由度大，评定结果的可靠性就大。表中所用到的计算公式为：

第 j 组冲击吸收功读数的平均值（样本平均值）为：

$$\overline{A}_{k,j} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} A_{ki,j} \qquad \text{（B.3.2）}$$

式中:

i -测定次数，表中所列为 $i = 1,2,3...10$，即检测次数 n＝10；

j -组数，表中为 $j = 1,2...6$，即组数 m＝6；

i，j 可按具体情况增加或减少，推荐以增加为宜。因为增加了子样和样本就增加了评定的可靠性。$A_{ki,j}$ 为第 j 组第 i 次检测的冲击吸收功读数，J。

显然, 冲击吸收功的总平均值是:

$$\overline{A}_k = \frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m} \overline{A}_{k,j}$$

（B.3.3）

而第 j 组检测结果的标准差，即样本标准差应为：

$$s_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(A_{ki,j} - \overline{A}_{k,j})^2}{n-1}} \qquad \text{（B.3.4）}$$

合并样本标准为

$$s_p = \sqrt{\frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m} s_j^2}$$

（B.3.5）

对于某结构钢,为了判定高可靠性的合并样本标准差 s_P 是否可以应用,特进行以下运算.首先由表 B.3.1 的数据经计算可得标准差 s_j 数列的平均值为：

$$\overline{s_j} = \frac{1}{m}\sum_{j=1}^{m} s_j = \frac{1}{6} \times 63.698 = 10.616\ \text{J}$$

所以标准差 s_j 的标准差是:

$$\hat{\sigma}(s) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m}(s_j - \overline{s_j})^2}{m-1}} = 1.256\ \text{J}$$

由于 $\hat{\sigma}(s)=1.256\ \text{J}<\dfrac{s_{\text{p}}}{\sqrt{2(n-1)}}=2.517\text{J}$

这说明检测状态稳定，高可靠性的合并样本标准差 s_p 可以应用。在实际检测工作中，对于正常的任一次冲击试验，每次冲击一个试样就报一个结果（k ＝1），所以所求分量为：

$$u(x_{1,\,1})=\frac{s_{\text{p}}}{\sqrt{k}}=s_{\text{p}}=10.68\ \text{J}$$

自由度为: $\nu=m(n-1)=6(10-1)=54$

同理,对于某研制钢种由表 B.3.2 数据求出的 s_{p} ＝2.377 J，是否可应用，也应进行判定，标准差 s_j 的标准差 $\hat{\sigma}(s)$ 由表 B.3.2 的数据通过计算可求出：

$$\hat{\sigma}(s)=\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m}(s_j-\overline{s_j})^2}{m-1}}=0.5903\ \text{J}$$

由于

$$\hat{\sigma}(s)=0.5903\ \text{J}>\frac{s_{\text{p}}}{\sqrt{2(n-1)}}=\frac{2.377}{\sqrt{2(10-1)}}=0.5603\ \text{J}$$

因此检测状态不稳定，s_{p} 不可应用。此时采用 s_j 中 $s_{\max}$ ＝3.098 J（第三组的标准差）来评定，即，

$$u(x_1)=\frac{s_{\max}}{\sqrt{k}} \qquad \text{（B.3.6）}$$

由于正常的任一次冲击试验结果都作为测量结果，即 $k=1$ 所以，

$$u(x_{1,2})=s_{m\,a\,\bar{x}}=3.098\ (\text{J})$$

自由度 $\nu=n-1=10-1=9$

测量状态不稳定的原因，经分析在本评定中主要是由于试样材料为研制中的材料，其材质均匀性较差所引起。当然,除材质不均匀而外,如果试样加工状态不佳、检测方法未严格遵从 GB/T 229－2007 标准的要求、试验机重复性较差等各种因素也可导致 s_{p} 不能应用。此时，不确定度分量采用 s_j 数列中的最大值 $s_{\max}$ 来计算。

4.2 试验机误差所引入的不确定度分量 $u(x_2)$

试验室用于检测工作的冲击试验机，即工作试验机必须按照 GB/T 3808－2002 标准进行检验。在通过各个项目的直接检验后，还必须使用标准试样进行间接检验，并达到标准的各项要求。

工作试验机重复性所引入的不确定度已包含在上述所求出的分量 $u(x_{1,1})$ 或 $u(x_{1,2})$ 之中。而试验机本身的最大允许误差 E 是：

当能量 $A_R < 40\ \mathrm{J}$ 时， $E = \pm 4\ \mathrm{J}$；

当能量 $A_R \geq 40\ \mathrm{J}$ 时， $E = \pm 10\% A_R$。

A_R 为标准试样组的能量值。

这表明，当 $A_R < 40\ \mathrm{J}$ 时，工作试验机误差的半宽是 4 J。因误差在区间（-4 J～4 J）的概率是均匀的，服从矩形分布，所以有：

$$u(x_{2,1}) = \frac{a}{k} = \frac{4}{\sqrt{3}} = 2.309\ \mathrm{J}$$

而当 $A_R \geq 40\ \mathrm{J}$ 时，误差的半宽是 $10\% A_R$，同样服从均匀分布，所以：

$$u(x_{2,2}) = \frac{a}{k} = \frac{0.1 A_R}{\sqrt{3}} = 0.0577 A_R\ \mathrm{J}$$

$u(x_{2,1}), u(x_{2,2})$ 二式就是根据 GB/T 3808－2002 标准要求，求出的由工作试验机误差引入的不确定度分量 $u(x_2)$，显然，它是最大值。

实际上如果用证书上给出的冲击试验机的实际误差 E_{fact} [注意，E_{fact} 是表示实际误差（可正可负）的绝对值 $|E|$，即 E_{fact} 为误差的半宽，此文一律如此定义]来计算，即可得到实际的不确定度分量为：

$$u(x_{2,3}) = \frac{a}{k} = \frac{E_{fact}}{\sqrt{3}} = 0.577 E_{fact}$$

对于某结构钢能量大于 40 J，所以根据式 $u(x_{2,2})$，在该评定中标准试样组的标准能量值 A_R ＝192.7 J，则

$$u(x_{2,2}) = 0.0577 \times 192.7 = 11.12\ \mathrm{J}$$

对于某研制钢,能量＜40 J，根据 GB/T 3808－2002 标准，工作冲击试验机本身的最大允许误差 $E_{\max} = \pm 4\ \mathrm{J}$，所以根据式 $u(x_{2,1})$，则

$$u(x_{2,1}) = 2.309\ \mathrm{J}$$

4.3 标准试样标准偏差所引入的不确定度分量 $u(x_3)$

根据 GB/T 3808－2002 的规定,工作试验机的间接检验是使用标准试样来进行的。因此，标准试样的标准偏差由量值传递规律也引入了不确定度。根据 GB/T 18658－2002 标准，标准试样允许的标准偏差 s 是：

当能量 $A_R < 40$ J 时，　　$s \le 2.0$ J

当能量 $A_R \ge 40$ J 时　　$s \le 5\% A_R$

A_R 是一组夏比标准试样的标准能量（取该批试样测得的能量值的平均值作为 A_R ）。

根据 t 分布理论，利用子样对正态母体平均值 μ 进行区间估计的表达式：

$$\bar{x} - t_p \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + t_p \frac{s}{\sqrt{n}} \qquad \text{（B.3.7）}$$

式中　$\bar{x}$ —子样平均值；n —子样大小（子样中的个体数）；

s --子样标准差；μ --母体平均值；

t_p --t 分布包含概率为 p 时（显著度 $\alpha = 1 - p$ ）的 $t_p(\nu)$ 值（ν 为自由度 $\nu = n - 1$ ）

式 B.3.7 表明：在包含区间（$\bar{x} - t_p \frac{s}{\sqrt{n}}; \bar{x} + t_p \frac{s}{\sqrt{n}}$ ）包含 μ 值的概率为 p 。μ 为母体的平均值，是测量结果的理想值，即多次测量结果的平均值位于此区间的概率为 p 。根据测量不确定度的定义——“表征合理的赋予被测量之值的分散性，与测量结果相联系的参数”，可知所求的不确定度分量 $u(x_3)$ 就是:

$$u(x_3) = t_p \frac{s}{\sqrt{n}}$$

（B.3.8）

式中

s --标准试样组的标准偏差；

n --标样组的标样个数；

t_p --t 分布在 p 时（ $\alpha = 1 - p$ ）的 $t_p(\nu)$ 值（见本指南附录 2）。

$A_R < 40\text{J}$ 时，$s \le 2.0\text{ J}$；$A_R \ge 40J$ 时，$s \le 5\% A_R$。对于此评定，最小的自由度是 $\nu = n-1 = 25-1 = 24$。p 取为 68%，查本指南附录 A，t 分布数值表得：

$$t_p(\nu) = t_{68}(24) = 1.02$$

因而根据 GB/T 18658-2002 的规定 $u(x_3)$ 的最大允许值是：

当 $A_R < 40\text{ J}$ 时，由计算得到

$$u(x_{3,1}) = t_\text{p}\frac{s}{\sqrt{n}} = 1.02\frac{2}{\sqrt{25}} = 0.408\text{ J}$$

当 $A_R \ge 40\text{ J}$ 时，

$$u(x_{3,2}) = t_\text{p}\frac{s}{\sqrt{n}} = 1.02\frac{0.05A_R}{\sqrt{25}} = 0.0102A_R\text{ J}$$

根据标样的实际标差，可求得 $u(x_3)$ 的实际值：

$$u(x_{3,3}) = t_\text{p}\frac{s_{fact}}{\sqrt{n}} = 1.02\frac{s_{fact}}{\sqrt{25}} = 0.204s_{fact}$$

根据 GB/T 18658－2002，当能量 $A_R \ge 40\text{ J}$ 时，标准样品允许最大标准偏差是 0.05 A_R，因为在该评定中标准试样组的标准能量值 A_R ＝192.7 J，所以由 $u(x_{3,2})$ 式计算，则

$$u(x_{3,2}) = 0.0102A_R = 0.0102\times 192.7 = 1.966\text{ J}$$

对于某研制钢种，其工作冲击试验机也是用标准冲击试样检定，同理，标样的标准偏差引入的不确定度分量也应考虑。根据 GB/T 18658－2002，当能量 $A_R < 40\text{ J}$ 时，样品允许最大标准偏差是 $s_{b.\max} \le 2.0\text{ J}$，所以由 $u(x_{3,1})$ 式计算，得到:

$$u(x_{3,1}) = t_p\frac{s}{\sqrt{n}} = 1.02\times\frac{2}{\sqrt{25}} = 0.408\ J$$

4.4 测量结果数值修约所引入的不确定度分量 $u(x_4)$

对于数字修约，如修约间隔为 δ_x，则所引入的不确定度分量为 $u(x) = 0.29\delta_x$。对于冲击试验，根据 GB/T 229－2007 标准 8.8 的规定：冲击吸收功至少应保留两位有效数字，修约方法按 GB/T 8170-2008 执行。所以，当 $A_k < 10\text{ J}$ 时，修约间隔 δ_x 为 0.1 J；当 $A_k \ge 10\text{ J}$ 时，根据试验机的度盘或显示器的分辨力，修约间隔 δ_x 为

1 J 或 0.1 J（当检测结果需要保留到一位小数，而冲击机分辨率为 0.1 J 时）。由此得出：

当 $A_k < 10$ J 时，数值修约引入的不确定度分量是：

$$u(x_{4,1}) = 0.29 \times 0.1 = 0.029 \text{ J}$$

当 $A_k \geq 10$ J，若试验机的分辨力为 1 J 时：

$$u(x_{4,2}) = 0.29 \times 1 = 0.29 \text{ J}$$

若试验机分辨力为 0.1 J，结果需保留一位小数时：

$$u(x_{4,3}) = 0.29 \times 0.1 = 0.029 \text{ J}$$

对于某结构钢，由表 B.3.1 测量结果 $\overline{A}_K = 206$ J，可知修约间隔 $\delta_x = 1$ J，所以 $u(x_{4,2}) = 0.29 \times 1 = 0.29$ J

对于某研制钢种，由表 B.3.2 测量结果 $\overline{A}_K = 25$ J，可知修约间隔 $\delta_x = 1$ J，所以

$$u(x_{4,2}) = 0.29 \times 1 = 0.29 \text{ J}$$

5　合成标准不确定度及扩展不确定度的评定

因冲击试验重复性引入的不确定度分量、试验机误差引入的不确定度分量、标准试样允许标准偏差引入的不确定度分量和检测结果数值修约引入的不确定度分量彼此独立不相关，且根据测量模型式（B.3.1），灵敏系数 $c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i} = 1$。因而可按照分量方和根的公式进行合成，即：

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} u^2(x_i)} = \sqrt{u^2(x_1) + u^2(x_2) + u^2(x_3) + u^2(x_4)} \qquad \text{（B.3.9）}$$

扩展不确定度 U 由 $u_c(y)$ 乘包含因子 k 得到，即：

$$U = k \times u_c(y) \qquad \text{（B.3.10）}$$

k ＝2，约为 95%，本评定推荐使用；k ＝3，约为 99%，某些情况下使用。为此，在本评定中只要求出了 $u_c(y)$，则所求的扩展不确定度是：

$$U = 2 \times u_c(y) \qquad \text{（B.3.11）}$$

在具体评定合成标准不确定度 $u_c(y)$ 时，必需按具体情况区别处理。

5.1 当检验工作试验机的标准试样能量 $A_R < 40\ J$ 时

1) 检测结果（冲击吸收功）$A_k < 10$ J（此时试验机分辨力应为 0.1 J），且 s_p 可应用，

$$u_{c,1}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,1}) + u^2(x_{2,1}) + u^2(x_{3,1}) + u^2(x_{4,1})}$$

$$= \sqrt{(s_p)^2 + 2.309^2 + 0.408^2 + 0.029^2} = \sqrt{(s_p)^2 + 5.499}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.12）}$$

式（B.3.12）也适用于 $40\ \text{J} > A_k \geq 10\ \text{J}$， s_p 可应用,试验机分辨力为 0.1J,检测结果 A_k 值，因需要有效位数修约到保留一位小数的情况。

此时，扩展不确定度为:

$$U = k \times u_{c,1}(y) = 2\sqrt{(s_p)^2 + 5.499}\ \text{J}$$

(B.3.13)

条件同上($A_k < 10\ J$)，但如果经判定，不满足公式（B.3.13），表明检测状态不稳定（如试样材质均匀性差、试样加工差异大、试验条件差异大等因素）， s_p 不可应用，而用 s_{max} 评定，则

$$u_{c,2}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,2}) + u^2(x_{2,1}) + u^2(x_{3,1}) + u^2(x_{4,1})} = \sqrt{(s_{max})^2 + 5.499}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.14）}$$

此时：

$$U = k \times u_{c,2}(y) = 2\sqrt{(s_{max})^2 + 5.499}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.15）}$$

当然，式（B.3.15）也适用于 $40\text{J} > A_k \geq 10\text{J}$， s_p 不可应用，而用 s_{max} 计算,试验机分辨力为 0.1 J，检测结果 A_k 值，因需要有效位数取三位（保留一位小数）的情况。

2) 检测结果 $40\text{J} > A_k \geq 10\text{J}$，若试验机分辨力为 1 J， A_k 有效位取两位（修约间隔为 1J）， s_p 可用，则

$$u_{c,3}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,1}) + u^2(x_{2,1}) + u^2(x_{3,1}) + u^2(x_{4,2})}$$

$$= \sqrt{(s_p)^2 + 2.309^2 + 0.408^2 + 0.29^2} = \sqrt{(s_p)^2 + 5.582}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.16）}$$

此时，扩展不确定度为：

$$U = k \times u_{c,3}(y) = 2\sqrt{(s_p)^2 + 5.582}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.17）}$$

同理，如经判定 s_p 不可应用，用 s_{max} 评定，则

$$u_{c,4}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,2}) + u^2(x_{2,1}) + u^2(x_{3,1}) + u^2(x_{4,2})} = \sqrt{(s_{max})^2 + 5.582}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.18）}$$

$$U = k \times u_{c,4}(y) = 2\sqrt{(s_{max})^2 + 5.582}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.19）}$$

5.2 当检验工作试验机的标准试样能量 $A_R \geq 40\ \text{J}$

1）检测结果 $A_k \geq 40\ \text{J}$，经判定 s_p 可应用，修约间隔是 1 J 时：

$$u_{c,5}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,1}) + u^2(x_{2,2}) + u^2(x_{3,2}) + u^2(x_{4,2})}$$

$$= \sqrt{(s_p)^2 + (0.0577A_R)^2 + (0.0102A_R)^2 + 0.29^2} = \sqrt{(s_p)^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.0841}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.20）}$$

此时，

$$U = k \times u_{c,5}(y) = 2\sqrt{(s_p)^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.0841}\ \text{J}$$

条件同上，s_p 不可应用，采用 s_{max} 评定时，

$$u_{c,6}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,2}) + u^2(x_{2,2}) + u^2(x_{3,2}) + u^2(x_{4,2})}$$

$$= \sqrt{(s_{max})^2 + (0.0577A_R)^2 + (0.0102A_R)^2 + 0.29^2} = \sqrt{(s_{max})^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.0841}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.21）}$$

此时，扩展不确定度是：

$$U = k \times u_{c,6}(y) = 2\sqrt{(s_{max})^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.0841}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.22）}$$

2） 检测结果 $A_k \geq 40\ \text{J}$，经判定 s_p 可应用，若试验机分辨力为 0.1 J，因需要 A_k 的有效位数要保留一位小数（间隔为 0.1 J），则

3） $u_{c,7}(y) = \sqrt{u^2(x_{1,1}) + u^2(x_{2,2}) + u^2(x_{3,2}) + u^2(x_{4,3})}$

$$= \sqrt{(s_p)^2 + (0.0577A_R)^2 + (0.0102A_R)^2 + 0.029^2} = \sqrt{(s_p)^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.000841}\ \text{J} \qquad \text{（B.3.23）}$$

此时，扩展不确定度为:

$$U = k \times u_{c,7}(y) = 2\sqrt{(s_p)^2 + 0.003433{A_R}^2 + 0.000841}\ \text{J}$$

（B.3.24）

如经判定 s_p 不可应用，用 s_{max} 评定时，

$$u_{c,8}(y)=\sqrt{u^2(x_{1,2})+u^2(x_{2,2})+u^2(x_{3,2})+u^2(x_{4,3})}=\sqrt{(s_{max})^2+0.003433A_R{}^2+0.000841}\ \mathrm{J}$$

（B.3.25）

则扩展不确定度为：

$$U=k\times u_{c,8}(y)=2\sqrt{(s_{max})^2+0.003433A_R{}^2+0.000841}\ \mathrm{J}$$

（B.3.26）

对于所评定的某结构钢实例，因为 $u(x_{1,1})$ 、 $u(x_{2,2})$ 、 $u(x_{3,2})$ 及 $u(x_{4,2})$ 间独立不相关，所以，应用公式（B.3.20）有：

$$u_{c,5}(y)=\sqrt{u^2(x_{1,1})+u^2(x_{2,2})+u^2(x_{3,2})+u^2(x_{4,2})}=\sqrt{(s_p)^2+(0.0577A_R)^2+(0.0102A_R)^2+(0.29)^2}$$

$$\sqrt{10.68^2+11.12^2+1.966^2+0.0841}=15.55\,\mathrm{J}$$

某结构钢冲击试验检测结果的扩展不确定度是：$U=k\times u_c(y)$ ， k 取 2，

$$U=2\times u_c(y)=2\times 15.55=31.1=31\,\mathrm{J}$$

其相对扩展不确定度为

$$U_{rel}=\frac{U}{\overline{A}_K}=\frac{31}{206}=15\%, k=2$$

对于所评定的某研制钢种，因为 $u(x_{1,2})$ 、 $u(x_{2,1})$ 、 $u(x_{3,1})$ 及 $u(x_{4,2})$ 间独立不相关，

$$u_{c,4}(y)=\sqrt{u^2(x_{1,2})+u^2(x_{2,1})+u^2(x_{3,1})+u^2(x_{4,2})}=\sqrt{s^2{}_{max}+(\frac{a}{k})^2+(t_p\frac{s}{\sqrt{n}})^2+(0.29\delta_x)^2}$$

$$=\sqrt{3.098^2+2.309^2+0.408^2+0.29^2}=3.896\,\mathrm{J}$$

所以某研制钢种冲击试验检测结果的扩展不确定度是：

$$U=2\times u_{c,4}(y)=2\times 3.896=7.792=8\,\mathrm{J}$$

其相对扩展不确定度为

$$U_{rel}=\frac{U}{\overline{A}_k}=\frac{8}{25}=32\%, k=2$$

6 测量不确定度报告

根据上述的评定，可得到对于某结构钢冲击试验检测结果的不确定度报告是：

$$\overline{A}_K=206\,\mathrm{J}, U=31\,\mathrm{J}, k=2$$

这表明：可以预期在符合正态分布的前提下，在（206－31）J 到（206＋31）J 的区间包含了该钢材夏比冲击吸收功测量结果可能置值的 95％ 。

用相对扩展不确定度形式报告为：

$$\overline{A}_K = 206\ \mathrm{J}, U_{\mathrm{rel}} = 15\%, k = 2$$

而某研制钢材冲击试验检测结果测量不确定度的报告是：

$$\overline{A}_K = 25\ \mathrm{J}, U = 8\ \mathrm{J}, k = 2$$

其意义是：可以预期在符合正态分布的前提下，在（25－8）J 到（25＋8）J 的区间包含了该研制钢材夏比冲击吸收功测量结果可能置值的 95％ 。

用相对扩展不确定度形式报告为：

$$\overline{A}_K = 25\ \mathrm{J}, U_{\mathrm{rel}} = 32\%, k = 2$$

附录C、材料化学成分分析结果测量不确定度评定

C.1、过硫酸铵氧化容量法测钢中铬的测量不确定度评定

1　概述

1.1　方法依据

依据国家标准 GB/T 223.11-2008《钢铁及合金 铬含量的测定 可视滴定或电位滴定法》进行分析。称取 0.2 g 精确至 0.0001 g)试料，用硫酸、磷酸溶解后，向试液中滴加硝酸氧化，直至激烈作用停止后补加磷酸，继续加热蒸发至冒硫酸烟。试液稍冷后用水稀释至 200 mL，加 5 mL 硝酸银溶液、20 mL 过硫酸铵溶液，摇匀，加热煮沸至溶液呈现稳定的紫红色，继续煮沸 5 min，取下，加 5 mL 盐酸，煮沸至红色消失，取下冷却至室温。先用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色，加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液继续滴定至由玫瑰红色转变为亮绿色为终点，计算全铬的质量分数。

1.2　设备

电子天平：METTLER TOLEDO 公司 XP204S

所用滴定管、容量瓶和吸量管应符合 GB/T 12805-2011、GB/T 12806-2011 和 GB/T 12808-2015 的规定。

2 测量模型

$$w = f(c_{标}, V_{滴}, m_{样}, M_{铬})$$

以函数形式表示为：

$$w = \frac{c_{标} \times V_{滴} \times 0.001 \times M_{铬}}{3 \times m_{样}} \times 100 \qquad \text{(C.1.1)}$$

式（C.1.1）中：

w——样品的质量分数含量，%；

$c_{标}$——硫酸亚铁铵标准溶液浓度，mol/L；

$M_{铬}$——铬的原子量；

$m_{样}$——试样称取量，g；

$V_{滴}$——滴定样品溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL；

其中：

$$c_{标} = \frac{c_{基} \times V_1}{V_2} \qquad \text{(C.1.2)}$$

式(C.1.2)中：

$c_{标}$——硫酸亚铁铵标准溶液浓度，mol/L；

$c_{基}$——基准试剂重铬酸钾所配标准溶液浓度，mol/L；

V_1——标定时重铬酸钾标准溶液分取体积，mL；

V_2——标定消耗的硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL。

$$c_{基} = \frac{m_{基} \times 6}{M_{基} \times V_{容} \times 10^{-3}}$$

(C.1.3)

式(C.1.3)中：

$c_{基}$——重铬酸钾标准溶液浓度，mol/L；

$V_{容}$——定容体积，mL；

$m_{基}$—— 重铬酸钾称取量，g；

$M_{基}$——重铬酸钾摩尔质量，294.18，g/mol；

6 ——反应系数比。

3 测量不确定度来源分析

本法测钢中铬的不确定度主要包含由系统效应引入的标准不确定度分量 $u_r(w_1)$，以及由随机效应引入的相对标准不确定度 $u_r(w_2)$。其中，系统效应引入的标准不确定度包括硫酸亚铁铵标准溶液引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{标})$，滴定时由滴定管引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_{滴})$，试样称样量由天平称量引入的相对标准不确定度分量 $u_r(m_{样})$，以及铬的原子质量的相对标准不确定度 $u_r(M_{铬})$。而硫酸亚铁铵标准溶液引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{标})$ 又包括由重铬酸钾标准溶液配制引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{基})$，标定时分取重铬酸钾标准溶液引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_1)$ 和标定时消耗的硫酸亚铁铵标液体积引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_2)$。

4 不确定度分量的评定

4.1 由系统效应引入的标准不确定度分量 $u_r(w_1)$

4.1.1 硫酸亚铁铵标准溶液引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{标})$

4.1.1.1 由重铬酸钾标准溶液配制引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{基})$

称取 2.4515 g 预先于 150 ^{0}C 干燥 2 小时后的冷至室温的重铬酸钾基准试剂于 300 mL 烧杯中，加水溶解后定容于 1000 mL 容量瓶中,由式(C.1.2)可知

$$c=\frac{m_{基}\times 6}{M_{基}\times V_{容}}=\frac{2.4515\times 6}{294.18\times 1000\times 10^{-3}}=0.0500 \quad \text{mol/L}$$

4.1.1.1.1 由重铬酸钾纯度引入的相对标准不确定度分量 $u_r(p)$

查重铬酸钾纯度标准物质证书知，纯度 p 为 99.99%，扩展不确定度为 0.02 %（$k=2$),由此引入的相对不确定度分量为:

$$u_r(p)=\frac{U(p)}{k\times p}=\frac{0.02\%}{2\times 99.99\%}=1.00\times 10^{-4}$$

4.1.1.1.2 天平称量重铬酸钾引入的相对标准不确定度分量 $u_r(m_{基})$

天平称量的不确定度因素包括：重复性测定、天平校准的扩展不确定度。其中重复性测定的影响在 4.2 中体现。校准证书显示天平校准的扩展不确定度为 0.0002g,k=2,转化为标准不确定度为 0.0001g。由试样称量引入的标准不确定度为：

$$u(m_{基}) = 1.00\times10^{-4}\ \ \text{g}$$

$$u_r(m_{基}) = u(m_{基})/m_{基} = (1.0\times10^{-4})/2.4520 = 4.08\times10^{-5}$$

4.1.1.1.3 容量瓶体积定值的相对标准不确定度 $u_r(V_{容})$

系统效应引入的容量计量器具（包括容量瓶、移液管、滴定管等）的不确定度来源于器具体积定值的准确性引入的不确定度,根据 GB/T 12806-2011《实验室玻璃仪器单标线容量瓶》可知 V mL 器具的最大允许差为 x mL，其不确定度区间的半宽为 x mL，允许出现在此区间的概率是均匀的，即服从均匀分布，所以由定值准确性引入的不确定度为 $(x/\sqrt{3})$ mL；由系统效应引入的容量计量器具的相对标准不确定度可表示为：

$$u_r(V) = \frac{(x/\sqrt{3})}{V} \tag{C.1.4}$$

配制重铬酸钾标准溶液所用容量瓶为 A 级 1000 mL,查 GB 12806-2011《实验室玻璃仪器单标线容量瓶》可知最大允许差为 0.40 mL,由式(C.1.4)可知由此引入的相对标准不确定度为:

$$u_r(V_{容}) = \frac{(x/\sqrt{3})}{V_{容}} = \frac{(0.4/\sqrt{3})}{1000} = 2.31\times10^{-4}$$

4.1.1.1.4 重铬酸钾分子量的相对标准不确定度 $u_r(M_{基})$

查 1993 年国际公布的元素相对原子质量表得：

$A_r(K) = 39.0983(1)$, $A_r(Cr) = 51.9961(6)$, $A_r(O) = 15.9994(3)$

$u[A_r(K)] = 0.0001$， $u[A_r(Cr)] = 0.0006$， $u[A_r(O)] = 0.0003$

$$M_{基} = 39.0983\times2 + 51.9961\times2 + 15.9994\times7 = 294.1846$$

$$u(M_{基}) = \sqrt{(2\times0.0001)^2 + (2\times0.0006)^2 + (7\times0.0003)^2} = 2.43\times10^{-3}$$

重铬酸钾分子量的相对标准不确定度可表示为:

$$u_r(M_{基}) = (2.43\times10^{-3})/294.1846 = 8.26\times10^{-6}$$

由基准试剂重铬酸钾所配标准溶液浓度标准不确定度分量 $u_r(c_{基})$ 为：

$$u_r(c_{基}) = \sqrt{[u_r(p)]^2 + [u_r(m_{基})]^2 + [u_r(V_{容})]^2 + [u_r(M_{基})]^2}$$

$$=\sqrt{(1.00\times10^{-4})^2+(4.05\times10^{-5})^2+(2.31\times10^{-4})^2+(8.26\times10^{-6})^2}=2.55\times10^{-4}$$

4.1.1.2 标定时分取重铬酸钾标准溶液引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_1)$

采用 25 mLA 级移液管分取基准试剂标液，即 V_1 为 25 mL，该移液管最大允许差 x 为±0.030mL，由式(C.1.4)可知：

$$u_r(V_1)=\frac{(x/\sqrt{3})}{V_1}=\frac{(0.03/\sqrt{3})}{25.00}=6.93\times10^{-4}$$

4.1.1.3 标定时消耗的硫酸亚铁铵标液体积引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_2)$

按 GB/T 223.11-2008 的要求，取三份重铬酸钾基准试剂标液进行标定。滴定采用 50 mL A 级滴定管，最大允许差为±0.05 mL，消耗硫酸亚铁铵标液体积分别为 28.87 mL，28.90 mL、28.93 mL，取三次消耗的平均值 $\overline{V}_2$ 28.90mL，由式(C.1.4)可知：

$$u_r(\overline{V}_2)=\frac{(x/\sqrt{3})}{V_2}=\frac{(0.05/\sqrt{3})}{28.90}=9.99\times10^{-4}$$

考虑到三次标定重复性的影响因素，

$$u_r(V_2)=u_r(V_2)/\sqrt{3}=9.99\times10^{-4}/\sqrt{3}=3.33\times10^{-4}$$

由硫酸亚铁铵标液配制引入的相对标准不确定度分量 $u_r(c_{标})$ 为：

$$u_r(c_{标})=\sqrt{[u_r(c_{基})]^2+[u_r(V_1)]^2+[u_r(V_2)]^2}$$

$$=\sqrt{[2.55\times10^{-4}]^2+[6.93\times10^{-4}]^2+[3.33\times10^{-4}]^2}=8.10\times10^{-4}$$

4.1.2 滴定样品溶液消耗的硫酸亚铁铵标液体积引入的相对标准不确定度分量 $u_r(V_{滴})$

滴定样品溶液采用 50 mLA 级滴定管,最大允许差为±0.05 mL,消耗硫酸亚铁铵标液体积 $V_{滴}$ 为 44.52 mL,由式(C.1.4)可知,

$$u_r(V_{滴})=\frac{(x/\sqrt{3})}{V_{滴}}=\frac{(0.05/\sqrt{3})}{44.52}=6.48\times10^{-4}$$

4.1.3 天平称量试样引入的相对标准不确定度分量 $u_r(m_{样})$

同 4.1.1.1.2，试样称样量为 0.2025 g，天平称量试样引入的相对标准不确定

度分量为：

$$u_r(m_{样}) = u(m_{样}) / m_{样} = (1.0\times10^{-4}) / 0.2025 = 4.94\times10^{-4}$$

4.1.4 铬的原子质量的相对标准不确定度 $u_r(M_{铬})$

查 1993 年国际公布的元素相对原子质量表得：

$A_r(Cr) = 51.9961(6)$， $u[A_r(Cr)] = 0.0006$

$u_r(M_{铬}) = 0.0006/51.9961 = 1.15\times10^{-5}$

由于各分量不相关，由系统效应引入的标准不确定度分量 $u_r(w_1)$ 为

$$u_r(w_1) = \sqrt{[u_r(c_{标})]^2 + [u_r(V_{滴})]^2 + [u_r(M_{铬})]^2 + [u_r(m_{样})]^2}$$

$$= \sqrt{(8.10\times10^{-4})^2 + (6.48\times10^{-4})^2 + (1.15\times10^{-5})^2 + (4.94\times10^{-4})^2} = 1.15\times10^{-3}$$

4.2 由随机效应引入的相对标准不确定度 $u_r(w_2)$

由于由随机效应引入的不确定度因素较多，在此用合并样本标准差方法来计算，取历年来 h 个同类分析数据平行测定的分析值(x_1 , x_2)之差 Δ ，根据贝塞尔公式求出差值 Δ 的实验标准差 $s(\Delta)$ ，单次测量的标准差 $s(x_i)$ 与 $s(\Delta)$ 之间有 $\sqrt{2}s(x_i) = s(\Delta)$ 的关系。实际操作中，以两次小于重复性限的独立测定结果的平均值作为测定结果报出，因此由随机效应引入的标准不确定度 $u(w_2)$ 与 $s(x_i)$ 间有 $u(w_2) = s(x_i)/\sqrt{2}$ =的关系。

$$\mathrm{u}(w_2) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{2}} = \left(\frac{\mathrm{s}(\Delta)}{\sqrt{2}}\right) / \sqrt{2} = \sqrt{\frac{1}{2(h-1)}\sum_{i=1}^{h}\left(\Delta_i - \overline{\Delta}\right)^2} / \sqrt{2} \qquad \text{(C.1.5)}$$

其中

$$\overline{\Delta} = \frac{\sum_{i=1}^{h}\Delta_i}{h}$$

由于每次的平行测定从称样至测定均为同时进行，采用其差值进行统计，系统效应所带来的影响有相互抵消的作用，其各个差值的差异主要反映了由随机效应所引入的不确定度，这就是本法评定的依据。

收集本实验室该类试样的分析数据，见表 C.1.1：

表 C.1.1 历年同类分析数据统计表

i	1	2	3	4	5	6	7
x_{1i}	18.93	17.54	17.67	18.92	15.12	16.33	15.66
x_{2i}	18.85	17.61	17.61	18.96	15.06	16.30	15.62
$\Delta_i = \lvert x_{1i} - x_{2i} \rvert$	0.08	0.07	0.06	0.04	0.06	0.03	0.04
i	8	9	10	11	12	13	14
x_{1i}	17.55	16.62	15.53	17.43	16.37	18.56	16.27
x_{2i}	17.51	16.57	15.46	17.40	16.42	18.52	16.25
$\Delta_i = \lvert x_{1i} - x_{2i} \rvert$	0.04	0.05	0.04	0.03	0.05	0.04	0.02

将表 C.1.1 中数据代入式(C.1.5)，可知 $u(w_2) = 0.0082\ \%$

由式(C.1.2)知，硫酸亚铁铵标液浓度为：

$$c_{标} = \frac{c_{基} \times V_1}{V_2} = \frac{0.05 \times 25.00}{28.90} = 0.04326 \quad \text{mol/L}$$

由式(C.1.1)知,试样含铬量为：

$$w_1 = \frac{c_{标} \times V_{滴} \times 0.001 \times M_{铬}}{3 \times m_{样}} \times 100 = \frac{0.04326 \times 44.52 \times 0.001 \times 51.9961}{0.2025 \times 3} \times 100 = 16.484\ \%$$

同时进行的另一个独立测定结果为 $w_2 = 16.438\ \%$

取两次独立测定的平均值作为报告结果：

$$\overline{w} = \frac{w_1 + w_2}{2} = \frac{16.484\% + 16.438\%}{2} = 16.461\ \%$$

可得：$\mathrm{u_r}(w_2) = \dfrac{u(w_2)}{\overline{w}} = \dfrac{0.0082\%}{16.461\%} = 4.98 \times 10^{-4}$

5 计算合成标准不确定度

本评定中涉及的相对标准不确定度分量列于表 C.1.2：

表 C.1.2 相对标准不确定度分量一览表

不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度
$u_r(w_1)$	系统效应	$u_r(w_1) = 1.15 \times 10^{-3}$
	-硫酸亚铁铵标准溶液浓度	$u_r(c_{标}) = 8.1 \times 10^{-4}$
	-基准试剂所配标准溶液浓度	$u_r(c_{基}) = 2.55 \times 10^{-4}$

	-基准试剂纯度	$u_r(p)=1.00\times10^{-4}$
	-天平称量	$u_r(m_{基})=4.05\times10^{-5}$
	-容量瓶体积定值	$u_r(V_{容})=2.31\times10^{-4}$
	-基准试剂分子质量	$u_r(M_{基})=8.26\times10^{-6}$
	-分取重铬酸钾标准溶液	$u_r(V_1)=6.93\times10^{-4}$
	-标定时消耗的硫酸亚铁铵体积	$u_r(V_2)=3.33\times10^{-4}$
	-滴定时滴定管体积	$u_r(V_{滴})=6.48\times10^{-4}$
	-天平称量	$u_r(m_{样})=4.94\times10^{-4}$
	-铬的原子质量	$u_r(M_{铬})=1.15\times10^{-5}$
$u_r(w_2)$	随机效应	$u_r(w_2)=4.98\times10^{-4}$

由于 w_1 和 w_2 彼此不相关，相对合成标准不确定度为：

$$u_{c,r}(w)=\sqrt{[u_r(w_1)]^2+[u_r(w_2)]^2}=\sqrt{(1.15\times10^{-3})^2+(4.98\times10^{-4})^2}=1.25\times10^{-3}$$

合成标准不确定度为：

$$u_c(w)=\overline{w}\times u_{c,r}(w)=16.461\%\times1.25\times10^{-3}=0.021\ \%$$

6　扩展不确定度的评定

取 $k=2$,扩展不确定度为 $U=k\times u_c(w)=2\times0.021\%=0.042\ \%$

7　测量不确定度报告

本实验室依据方法国家标准国家标准 GB/T 223.11-2008 过硫酸铵氧化容量法测钢中铬测量不确定度报告可表示为： $w=(16.46\pm0.05)\ \%;k=2$

C.2、高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定

1 概述

1.1　方法依据

依据国家标准 GB/T 223.60-1997《钢铁及合金化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅含量》进行分析。称取试样适量，用盐酸、硝酸分解试样，高氯酸冒

烟使硅酸脱水，过滤，洗涤后，灼烧成二氧化硅，用硫酸-氢氟酸处理，使硅生成四氟化硅挥发除去，由除硅前后的质量差计算硅量。

1.2　设备

电子天平：METTLER TOLEDO 公司 XP204S 型

2　测量模型

$$w(\%) = f \times \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 100 \qquad \text{(C.2.1)}$$

式(C.2.1)中:

f —二氧化硅转化为硅的换算系数 $f = 0.4674$

m_1—氢氟酸处理前铂金坩埚与沉淀的质量，g；

m_2—氢氟酸处理后铂金坩埚与残渣质量，g；

m —称样量，g；

m_3—氢氟酸处理前铂金坩埚与空白试样沉淀的质量，g；

m_4—氢氟酸处理后铂金坩埚与空白试样沉淀的质量，g。

令 $\Delta m_1 = m_1 - m_2$， $\Delta m_2 = m_3 - m_4$， $\Delta m_3 = \Delta m_1 - \Delta m_2$

式（C.2.1）变为

$$w(\%) = f \times \frac{\Delta m_3}{m} \times 100 \qquad \text{(C.2.2)}$$

其中 Δm_3—除硅前后的质量差，g

3　测量不确定度来源分析

本方法的不确定度来源主要是两部分，系统效应引入的不确定度 $u(w_1)$ 和随机效应引入的不确定度 $u(w_2)$ 。其合成不确定度为：

$$u_c(w) = \sqrt{[u(w_1)]^2 + [u(w_2)]^2} \qquad \text{(C.2.3)}$$

其中由系统效应引入的不确定度包括：除硅前后质量差的称量引入的不确定度 $u(\Delta m_3)$；称量样品引入的不确定度 $u(m)$；由转换系数 f 的引入的不确定度 $u(f)$。

4　不确定度分量的评定

4.1 由系统效应引入的不确定度分量 $u(w_1)$

4.1.1 除硅前后质量差的称量引入的不确定度 $u(\Delta m_3)$

天平称量的不确定度因素包括：重复性测定、天平校准的扩展不确定度。其中重复性测定的影响在 4.2 中体现。校准证书显示天平校准的扩展不确定度为 0.0002g, $k=2$,转化为标准不确定度为 0.0001g。由试样称量引入的标准不确定度为：

$$u(m_1)=u(m_2)=1.00\times10^{-4}\,\mathrm{g}$$

由于 m_1 、 m_2 为同一天平测得，可认为完全正相关，且相关系数为 1，由 $\Delta m_1=m_1-m_2$ 则：

$$u(\Delta m_1)=\sqrt{\left[\left[\frac{\partial(\Delta m_1)}{\partial m_1}\times u(m_1)\right]\times u(m_1)\right]^2+\left[\frac{\partial(\Delta m_1)}{\partial m_2}\times u(m_2)\right]+2\times\frac{\partial(\Delta m_1)}{\partial m_1}\times\frac{\partial(\Delta m_1)}{\partial m_2}\times u(m_1)\times u(m_2)\times r(m_1,m_2)}$$
$$=\sqrt{u^2(m_1)+u^2(m_2)-2\times u(m_1)\times u(m_2)}=|u(m_1)-u(m_2)|=0$$

(C.2.4)

同理可知， $u(\Delta m_2)=0$

$\Delta m_3=\Delta m_1-\Delta m_2$ ， 显然， $u(\Delta m_3)=0$ ， 且 $u_r(\Delta m_3)=0$

4.1.2 由称量样品引入的不确定度 $u(m)$

同 4.1.1,，由称量样品引入的标准不确定度分量为： $u(m)=1.00\times10^{-4}$ g，样品称取量为 1.0000 g，其相对不确定度为：

4.1.3 由转换系数 f 的引入的不确定度分量 $u(f)$

由 $f=\dfrac{M(Ni)}{M(C_8H_{14}N_4NiO_4)}$

由 $f=\dfrac{M(Si)}{M(SiO_2)}$

$$u(f)=\sqrt{\left\{\frac{\partial f}{\partial[M(Si)]}\times u[M(Si)]\right\}^2+\left\{\frac{\partial f}{\partial[M(SiO_2)]}\times u[M(SiO_2)]\right\}^2+2\times\frac{\partial f}{\partial[M(Si)]}\times\frac{\partial f}{\partial[M(SiO_2)]}\times u[M(Si)]\times u[M(SiO_2)]\times r[M(Si),M(SiO_2)]}$$

$$=\sqrt{\left\{\frac{u[M(Si)]}{M(SiO_2)}\right\}^2+\left\{-\frac{M(Si)}{[M(SiO_2)]^2}\times u[M(SiO_2)]\right\}^2-2\times\frac{1}{M(SiO_2)}\times\frac{M(Si)}{[M(SiO_2)]^2}\times u[M(Si)]\times u[M(SiO_2)]\times r[M(Si),M(SiO_2)]}$$

(C.2.5)

查 1993 年国际公布的元素相对分子质量表得：

$u[A_r(O)]=0.003$， $u[A_r(SiO_2)]=0.0003$

$M(SiO_2)=28.0855+15.994\times2=60.074$

$M(Si)=28.0855$，$u[M(Si)]=0.0003$

SiO_2 相对分子质量的不确定度为：

$$u[M(SiO_2)]=\sqrt{\{u[A_r(Si)]\}^2+\{2\times u[A_r(O)]\}^2}=\sqrt{(0.0003)^2+(2\times0.003)^2}=0.00601$$

根据 JJF 1059.1 中 4.4.4.2 相关系数的估计法，如果两个输入量的测得值 x_i 和 x_j 相关，x_i 变化 δ_i 会使 x_j 相应变化 δ_j，则 x_i 和 x_j 的相关系数经验公式可以表示为：

$$r(x_i,x_j)\approx\frac{u(x_i)\delta_i}{u(x_j)\delta_j} \tag{C.2.6}$$

式(C.2.1.6)中 $u(x_i)$ 和 $u(x_j)$ 为 x_i 和 x_j 的标准不确定度。

$$r[M(Si),M(SiO_2)]\approx\frac{u[M(Si)]\delta_i}{u[M(SiO_2)]\delta_j}=\frac{0.0003\times1}{0.00601\times1}=0.050$$

上述计算结果代入式(C.2.5)：

$$u(f)=\sqrt{\left(\frac{0.0003}{60.074}\right)^2+\left(\frac{28.0855}{60.074^2}\times0.00601\right)^2-2\times\frac{1}{60.074}\times\frac{28.0855}{60.074^2}\times0.0003\times0.00601\times0.050}$$
$$=\sqrt{2.494\times10^{-11}+2.19\times10^{-9}-2.336\times10^{-11}}=4.68\times10^{-5}$$

其相对不确定度为：

$$u_r(f)=\frac{u(f)}{f}=\frac{4.68\times10^{-5}}{0.4674}=1.00\times10^{-4}$$

因此，由系统效应引入的相对不确定度为：

$$u_r(w_1)=\sqrt{[u_r(\Delta m_3)]^2+[u_r(m)]^2+[u_r(f)]^2}=\sqrt{0^2+(1.00\times10^{-4})^2+(1.00\times10^{-4})^2}=1.41\times10^{-4}$$

$$w(\%)=f\times\frac{[(m_1-m_2)-(m_3-m_4)]}{m}\times100 \tag{C.2.1}$$

其中，$m=1.0000\,g, m_1=24.4011\,g, m_2=24.3688\,g, m_3=26.0769\,g, m_4=26.0769\,g$，代入式（C.2.1）

所以系统效应引入的标准不确定度为：

$$u(w_1)=u_r(w_1)\times w_1=1.41\times10^{-4}\times3.23\%=4.55\times10^{-4}\ \%$$

4.2 由随机效应引入的不确定度分量 $u(w_2)$

由于由随机效应引入的不确定度因素较多，在此用合并样本标准差方法来计算，取历年来 h 个同类分析数据平行测定的分析值(x_1 , x_2)之差 Δ ，根据贝塞尔公式求出差值 Δ 的实验标准差 $s(\Delta)$ ，单次测量的标准差 $s(x_i)$ 与 $s(\Delta)$ 之间有 $\sqrt{2}s(x_i)=s(\Delta)$ 的关系。

$$u(w_2)=s(x_i)=\frac{s(\Delta)}{\sqrt{2}}=\sqrt{\frac{1}{2(h-1)}\sum_{i=1}^{h}(\Delta_i-\overline{\Delta})^2} \tag{C.2.7}$$

式中 $\overline{\Delta}=\frac{\sum_{i=1}^{h}\Delta_i}{h}$

由于每次的平行测定从称样至测定均为同时进行，采用其差值进行统计，系统效应所带来的影响有相互抵消的作用，其各个差值的差异反映了由随机效应所引入的不确定度，这就是本法评定的依据。

收集本实验室该类试样的分析数据，见表 C.2.1：

表 C.2.1 历年同类分析数据统计表

i	1	2	3	4	5	6	7
x_{1i}	4.12	3.97	3.86	2.97	3.15	2.86	3.12
x_{2i}	4.11	3.94	3.88	2.95	3.16	2.88	3.16
$\Delta_i=\lvert x_{1i}-x_{2i}\rvert$	0.01	0.03	0.02	0.02	0.01	0.02	0.04
i	8	9	10	11	12	13	14
x_{1i}	3.76	4.03	4.35	3.76	3.93	2.76	2.25
x_{2i}	3.79	3.99	4.37	3.79	3.96	2.75	2.29
$\Delta_i=\lvert x_{1i}-x_{2i}\rvert$	0.03	0.04	0.02	0.03	0.03	0.01	0.04

将表 C.2.1 数据代入式(C.2.7)，可知 $u(w_2)=0.00765\%$

5 计算合成标准不确定度

本评定中涉及的标准不确定度分量列于表 C.2.2：

表 C.2.2 标准不确定度分量一览表

不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度	单位

$u(w_1)$	系统效应	$u(w_1)=4.55\times10^{-4}$	%
	-除硅前后质量差的称量	$u(\Delta m_3)=0$	g
	-称量样品	$u(m)=1.00\times10^{-4}$	g
	-转换系数	$u(f)=4.68\times10^{-5}$	
$u(w_2)$	随机效应	$u(w_2)=0.00765$	%

$u(w_1)$和$u(w_2)$分别由系统效应和随机效应引入，可认为彼此不相关，故

$$u_c(w)=\sqrt{[u_r(w_1)]^2+[u_r(w_2)]^2}=\sqrt{(4.55\times10^{-4})^2+(0.00765)^2}=0.00766\ \%$$

6　扩展不确定度的评定

取$k=2$,扩展不确定度为$U=k\times u_c(w)=2\times0.00766\%=0.015\ \%$

7　测量不确定度报告

本实验室依据 GB/T 223.60-1997 方法，高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量结果可表示为：(3.24±0.02)%，$k=2$

C.3、基于蒙特卡罗法的高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定

1 概述

1.1　方法依据

依据国家标准 GB/T 223.60-1997《钢铁及合金化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅含量》进行分析。称取试样适量，用盐酸、硝酸分解试样，高氯酸冒烟使硅酸脱水，过滤，洗涤后，灼烧成二氧化硅，用硫酸-氢氟酸处理，使硅生成四氟化硅挥发除去，由除硅前后的质量差计算硅量。

1.2　设备

电子天平：METTLER TOLEDO 公司 XP204S 型

2 采用蒙特卡罗法的评定步骤

采用蒙特卡罗法（Monte Carlo Method,以下简称 MCM）进行评定涉及大量数值模拟和计算，需要借助计算软件来实现，目前有一些大型工具软件如 MathCAD、MatLab 等具备相关功能。考虑到便利及费用等因素，选择由软件公司开发的专用软件来实现该模拟和计算。

利用该软件进行测量不确定度的步骤包括：建立测量的测量模型；定义 MCM 样本数 n；定义测量模型中自变量的概率分布；计算平均值和标准不确定度。

2.1 建立测量的测量模型

$$w(\%) = f \times \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 100 \qquad \text{(C.3.1)}$$

式(C.3.1)中:

f —二氧化硅转化为硅的换算系数， $f = 0.4674$

m_1—氢氟酸处理前铂金坩埚与沉淀的质量，g；

m_2—氢氟酸处理后铂金坩埚与残渣质量，g；

m —称样量，g；

m_3—氢氟酸处理前铂金坩埚与空白试样沉淀的质量，g；

m_4—氢氟酸处理后铂金坩埚与空白试样沉淀的质量，g。

考虑到蒙特卡罗法计算测量不确定度的需要，随机效应对测量结果的影响记作 δ ，在计算测量结果时其值看作 1，测量模型变为：

$$w(\%) = f \times \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 100 \times \delta \qquad \text{（C.3.2）}$$

由式(C.3.2)可以看出，模型中参与计算的量(包括常数)一共有 8 个。为表示方便，分别以 x_1 至 x_8 等 8 个字母表示，测量模型以式(C.3.3)表示：

$$w(\%) = \frac{x_6 \times [(x_2 - x_3) - (x_3 - x_4)]}{x_1} \times x_8 \times x_7 \qquad \text{（C.3.3）}$$

式(C.3.3)、式(C.3.2)中各字符的对应关系见表 C.3.1。

2.2 确定 MCM 的试验次数

根据 JJF 1059.2-2012《用蒙特卡罗法评定测量不确定度》4.3.2，“取值应远大于 1/（1- p ）的 10^4 倍”，假设为输出量提供 95%的包含区间， p 为 0.05%，MCM 试验次数 n 值定为 10^6,将 n 为 10^3 和 10^4 时的结果作为比对值。

2.3 定义测量模型中自变量的统计信息

（1）m, m_1, m_2, m_3, m_4 均由称量所得，天平称量的不确定度因素包括：重复性测定、天平校准的扩展不确定度。其中重复性测定的影响在 2.3(3)中体现。所用天平为日本 METTLER TOLEDO 公司 XP204S 直读天平，校准证书显示天平校准的扩展不确定度为 0.0002 g, $k=2$,转化为标准不确定度为 0.0001g。由试样称量引入的标准不确定度为：$u(m)=u(m_1)=u(m_2)=u(m_3)=u(m_4)=1.00\times10^{-4}\ g$,属于均匀分布。

（2）f 为二氧化硅转化为硅的换算系数，$f=0.4674$，本评定中不考虑 1993 年国际公布的元素相对分子质量的不确定度的影响，以常数看待。

（3）考虑到蒙特卡罗法计算测量不确定度的需要，必须将随机效应对测量不确定度的影响在测量模型中体现出来，但又不能影响硅含量测量结果的计算。故将其以 δ 表示，在计算测量结果时其值看作 1，它的标准偏差 $u(\delta)=\frac{s(x_i)}{w}$ 。由随机效应引入的不确定度因素较多，在此用合并样本标准差方法来计算，取历年来 h 个同类分析数据平行测定的分析值(x_1, x_2)之差 Δ，根据贝塞尔公式求出差值 Δ 的实验标准差 $s(\Delta)$，单次测量的标准差 $s(x_i)$ 与 $s(\Delta)$ 之间有 $\sqrt{2}s(x_i)=s(\Delta)$ 的关系。

$$u(w_2)=s(x_i)=\frac{s(\Delta)}{\sqrt{2}}=\sqrt{\frac{1}{2(h-1)}\sum_{i=1}^{h}(\Delta_i-\overline{\Delta})^2} \qquad \text{(C.3.4)}$$

式中 $\overline{\Delta}=\frac{\sum_{i=1}^{h}\Delta_i}{h}$

由于每次的平行测定从称样至测定均为同时进行，采用其差值进行统计，系统效应带来的影响有相互抵消的作用，其各个差值的差异反映了由随机效应所引入的不确定度，这就是本法评定的依据。

收集本实验室该类试样的分析数据，见表 C.3.1：

表 C.3.1 历年同类分析数据统计表

i	1	2	3	4	5	6	7
x_{1i}	4.12	3.97	3.86	2.97	3.15	2.86	3.12
x_{2i}	4.11	3.94	3.88	2.95	3.16	2.88	3.16
$\Delta_i=\lvert x_{1i}-x_{2i}\rvert$	0.01	0.03	0.02	0.02	0.01	0.02	0.04
i	8	9	10	11	12	13	14

x_{1i}	3.76	4.03	4.35	3.76	3.93	2.76	2.25
x_{2i}	3.79	3.99	4.37	3.79	3.96	2.75	2.29
$\Delta_i = \lvert x_{1i} - x_{2i} \rvert$	0.03	0.04	0.02	0.03	0.03	0.01	0.04

将表 C.3.1 数据代入式(C.3.4)，可知 $s(x_i) = 0.00765\%$， $u(\delta) = \frac{0.00765\%}{3.23\%} = 0.00237$，此处 3.23%为根据实测数据计算所得待测样品中的 Si 含量。

表 C.3.2 输入量参数一览表

自变量	分布类型	期望	标准偏差	期望	半宽度
$x_1 - m$	均匀分布	—	—	1 g	0.0001 g
$x_2 - m_1$	均匀分布	—	—	24.4380 g	0.0001 g
$x_3 - m_2$	均匀分布	—	—	24.3688 g	0.0001 g
$x_4 - m_3$	均匀分布	—	—	26.0769 g	0.0001 g
$x_5 - m_4$	均匀分布	—	—	26.0769 g	0.0001 g
$x_6 - f$	常数	0.4674	—	—	—
$x_7 - \delta$	正态分布	1	0.00237	—	—
$x_8 - 100$	常数	100	—	—	—

2.4 利用专用软件进行模拟计算样本标准不确定度

经蒙特卡罗法评定测量不确定度应用软件计算，可得单次测定的标准不确定度为 $u(w)=0.0094\%$ 。

3 扩展不确定度的评定

取 $k=2$,扩展不确定度为 $U=k\times u(w)=2\times 0.0094\%=0.0188\%$ 。

4 测量不确定度报告

本实验室依据 GB/T 223.60-1997 方法，高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量结果可表示为：$(3.24\pm 0.02)\%$， $k=2$ 。

5 讨论

使用GUM也对该例进行了测量不确定度评定，具体见附录C.2、高氯酸脱水重量法测定钢样中硅的测量不确定度评定。与采用MCM法进行评定的结果进行了比较，有以下几点值得关注：

5.1 MCM 法的试验次数也可以用自适应 MCM 法进行确定，即试验次数不断增加，直至所需要的各种结果达到统计意义上的稳定。如果某结果的两倍标准偏差小于标准不确定度的数值容差时，则认定该数值结果稳定，以此确定试验次数。根据文献及使用经验来看，采用 10^6 次试验数据能足够满足自适应 MCM 法的条件要求，表 C.3.3 数据显示本例中使用 10^4、10^5、10^6 次计算所得测量不确定度的

结果基本一致。

5.2 分析过程涉及五次天平称量，均使用同一天平，输入量间强相关，GUM 法中将相关系数近似放大为“1”进行了处理，导致 GUM 评定结果均略小于 MCM 评定结果。而采用 MCM 法无需考虑输入量相关的影响，评定过程得以简化，在某些无法评估相关系数的案例中，这个优势更为明显。当然，为与报告结果保持小数点位数一致而对不确定度进行修约后，两个评定法出具的不确定度结果并无差异，具体见表 C.3.3。

5.3 从本例的测量模型来看，明显非线性，在 GUM 法中必须通过数学处理将其变换为线性方程再进行评定，MCM 法的一大特点就是“尤其适用于测量模型为明显非线性时”，所以评定相对简单很多。

表 C.3.3 GUM 法和 MCM 法测量不确定度评定结果对比

	GUM 法	MCM 法（10^4 次）	MCM 法（10^5 次）	MCM 法（10^6 次）
平均值,%	3.2344	3.2343	3.2344	3.2344
标准不确定度,%	0.0077	0.0095	0.0094	0.0094
报告值，%	3.23±0.02	3.23±0.02	3.23±0.02	3.23±0.02

附录D、扫描电镜测微米级长度的测量不确定度评定实例

1 概述

1.1 方法依据

按照 GB/T 16594-2008《微米级长度的扫描电镜测量方法》，拍摄样品及标尺的二次电子像，然后分别测量底片上标尺图像的分度长度和样品图像中的待测长度，则样品中待测的实际长度可换算求得。

1.2 设备

A.扫描电镜，型号:日本日立公司产 S-4200 型，分辨率 δ_x ：1.6 nm;

B.显微镜，型号:19JA，测量误差:2 μm;

C.微米级标尺，标准值：2.07 μm，相对标准不确定度：$u_{\mathrm{rel}}(h)$为 4％

2 测量模型

$$L = \frac{B}{A} \times h \qquad \text{（D.1.1）}$$

式中：L —样品中待测部分的实际长度，μm；

A —底片上标尺图像的分度长度，mm；

B —底片上样品图像中待测部分长度，mm；

h —标尺的实际分度长度，μm。

3　测量不确定度来源分析

由公式（D.1.1）可知，扫描电镜测微米级长度的测量不确定度主要来自底片上标尺图像分度长度标准不确定度 $u(A)$ 和底片上样品图像中待测部分长度 $u(B)$ 以及标尺的标定误差引入的标准不确定度 $u(h)$。

其中 $u(A)$ 包括由万能工具显微镜的测量误差引入的分量标准不确定度 $u_1(A)$；万能工具显微镜重复测定标尺图像引入的分量标准不确定度 $u_2(A)$。

而 $u(B)$ 则包括由万能工具显微镜的测量误差引入的分量标准不确定度 $u_1(B)$；万能工具显微镜重复测定样品图像引入的分量标准不确定度 $u_2(B)$。

4　不确定度分量的评定

4.1　底片上标尺图像分度长度标准不确定度 $u(A)$

4.1.1　由万能工具显微镜的测量误差引入的分量标准不确定度 $u_1(A)$

19JA 型万能工具显微镜的测量误差，也就是最大允许误差（MPE）为±2 μm，可认定为服从均匀分布，由此引入的分量不确定度为：

$$u_1(A) = \frac{MPE}{\sqrt{3}} = 1.16 \quad \mu\text{m}$$

4.1.2　万能工具显微镜重复测定引入的分量标准不确定度 $u_2(A)$

在重复性条件下对同一标尺(标样值为 2.07 μm，相对标准不确定度为 4%)，进行了 n_A 次重复测定，共积累了 m_A 组数据，见表 D.1.1，可通过计算合并样本标准差得 $u_2(A)$。

表 D.1.1　标尺重复测定结果 A，mm

组别 j	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
A_{ij}	6.1343	6.1350	6.1333	6.1351	6.1329	6.1340	6.1321	6.1349	6.1340	6.1342	6.1338
	6.1345	6.1343	6.1340	6.1342	6.1330	6.1329	6.1336	6.1334	6.1326	6.1337	6.1335
	6.1350	6.1342	6.1342	6.1326	6.1355	6.1338	6.1344	6.1322	6.1347	6.1323	6.1520
A_j (均值)	6.1346	6.1345	6.1338	6.1340	6.1338	6.1336	6.1334	6.1335	6.1338	6.1334	6.1398

式中测量次数 n_A =3，组数 m_A =11，所以其自由度为 $m_A \times (n_A - 1)$ =22

可计算得：

$$u_2(A) = \sqrt{\frac{1}{m_A(n_A-1)}\sum_{i=1}^{n_A}\sum_{j=1}^{m_A}(A_{ij}-A_j)^2} = 0.0033 \text{ mm}$$

4.2 底片上样品图像中待测部分长度标准不确定度 $u(B)$

4.2.1 由万能工具显微镜的测量误差引入的分量标准不确定度 $u_1(B)$

类似地：

$$u_1(B) = u_1(A)$$

即为 1.16 μm。

4.2.2 万能工具显微镜重复测定引入的分量标准不确定度 $u_2(B)$

在重复性条件下，与对标尺的测定同步进行，对同一测试样进行了 n_B 次重复测定，共积累了 m_B 组数据，可通过计算合并样本标准差得到 $u_2(B)$。

表 D.1.2 测试样重复测定结果 B，mm

组别 j	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
B_{ij}	5.7497	5.7419	5.7272	5.7331	5.7425	5.7280	5.7710	5.7366	5.7029	5.7150	5.7368
	5.7456	5.7332	5.7250	5.7269	5.7354	5.7204	5.7565	5.7377	5.7070	5.7212	5.7375
	5.7476	5.7376	5.7261	5.7300	5.7390	5.7242	5.7638	5.7371	5.7049	5.7181	5.7372
B_j (均值)	5.7476	5.7376	5.7261	5.7300	5.7390	5.7242	5.7638	5.7371	5.7049	5.7181	5.7372

测量次数 n_B =3，组数 m_B =11，其自由度为 $m_B \times (n_B - 1)$ =22

$$u_2(B) = \sqrt{\frac{1}{m_B(n_B-1)}\sum_{i=1}^{n_B}\sum_{j=1}^{m_B}(B_{ij}-B_j)^2} = 0.0034 \quad \text{（mm）}$$

4.3 标尺的标定误差引入的标准不确定度 $u(h)$

根据标尺的标定证书可知，其相对标准不确定度 $u_{\mathrm{rel}}(h)$ =4％，标准值 h =2.07μm，所以分量不确定为：

$$u(h)=h\times u_{\mathrm{rel}}(h)=2.07\times 4\%=0.0828\mu\mathrm{m}$$

5 计算合成标准不确定度

表 D.1.3 相对标准不确定度分量一览表

分 量	不 确 定 度 来 源	分 量	不 确 定 度 来 源
$u(A)$	底片上标尺图像分度长度	$u_1(A)$	万能工具显微镜的测量误差
		$u_2(A)$	万能工具显微镜重复测定
$u(B)$	底片上样品图像中待测部分长度	$u_1(B)$	万能工具显微镜的测量误差
		$u_2(B)$	万能工具显微镜重复测定
$u(h)$	标尺的标定误差		

根据计量技术规范要求，“当输入量间明显相关时，必须考虑其相关性。相关原因常由相同原因所致，比如当两个输入量使用了同一台测量仪器，或使用了相同的实物标准，则这两个输入量间就会存在较大相关性。”由于输入量 A 和输入量 B 的测量使用了同台扫描电镜及万能工具显微镜，所以两个输入量间存在相关性，其合成标准不确定度就不能简单依照输入量不相关情况进行处理，而由于 $u(A)$、$u(B)$ 中，仅有由于系统效应引入的不确定度分量 $u_1(A)$ 和 $u_1(B)$ 彼此相关，由随机效应引入的不确定度分量 $u_2(A)$ 和 $u_2(B)$ 却彼此独立，所以又不能笼统地将 $u(A)$ 和 $u(B)$ 按输入量相关的情况进行合成。针对这样一种复杂情况，我们可以考虑进行分别处理。即在下式中前一个“[ ]”内部分按分量间不相关处理，后一个“[ ]”内部分按分量间相关处理：

$$
\begin{aligned}
[u_c(L)]^2 &= \left[\left(\frac{\partial L}{\partial A}\right)^2 \times [u_2(A)]^2 + \left(\frac{\partial L}{\partial B}\right)^2 \times [u_2(B)]^2 + \left(\frac{\partial L}{\partial h}\right)^2 \times [u(h)]^2\right] \\
&+ \left[\left(\frac{\partial L}{\partial A}\right)^2 \times [u_1(A)]^2 + \left(\frac{\partial L}{\partial B}\right)^2 \times [u_1(B)]^2 + 2 \times \frac{\partial L}{\partial A} \times \frac{\partial L}{\partial B} \times u_1(A) \times u_1(B) \times r(A,B)\right] \\
&= \left[\left(-\frac{Bh}{A^2}\right)^2 \times [u_2(A)]^2 + \left(\frac{h}{A}\right)^2 \times [u_2(B)]^2 + \left(\frac{B}{A}\right)^2 \times [u(h)]^2\right] \\
&+ \left[\left(-\frac{Bh}{A^2}\right)^2 \times [u_1(A)]^2 + \left(\frac{h}{A}\right)^2 \times [u_1(B)]^2 + 2 \times \left(-\frac{Bh}{A^2}\right) \times \left(\frac{h}{A}\right) \times u_1(A) \times u_1(B) \times r(A,B)\right]
\end{aligned}
\tag{D.1.2}
$$

已知: $A = 6.1344\text{mm}(A = A_j/11)$, $B = 5.7332\text{mm}(B = B_j/11)$， $h = 2.07\,\mu\text{m}$，

$u_1(B) = u_1(A) = 1.16\,\mu\text{m}, u_2(A) = 0.0033\text{mm}, u_2(B) = 0.0034\text{mm}, u(h) = 0.0828\,\mu\text{m}$ 。

由于 A 、B 属于同一体系的分量,可认为彼此间完全相关,即相关系数 $r(A,B) = 1$,将上述各参数代入公式(D.1.1.2)计算可得： $u_c(L) = 0.077\,\mu\text{m}$ 。

6 扩展不确定度的评定

取 $k = 2$，得扩展不确定度：

$$U = u_c(L) \times k = 0..077 \times 2 = 0.154\,\mu\text{m}$$

根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》,出具的不确定度报告只允许有两位有效数字,故取 $U = 0.15\,\mu\text{m}$ 。

7 测量不确定度报告

根据公式(1)，计算可知样品长度为 $L = 2.2149\,\mu\text{m}$， 即 $2.21\,\mu\text{m}$ 。

依据方法 GB/T 16594-2008，使用 S-4200 扫描电镜测 $2.21\,\mu\text{m}$ 长度样品的结果可表示为： $(2.21 \pm 0.15)\,\mu\text{m}$， $k = 2$ 。

附录 E、主要参考文献

[1] BIPM，IEC，IFCC，ISO，IUPAC，IUPAP，OIML，Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)[S]. Switzerland：ISO, 1995.

[2] ISO/IEC Guide98-3-2008“Uncertainty of measurement —Part 3:Guide to the expression ofuncertainty in measurement(简称2008版GUM)”《测量不确定度-第三部分：测量不确定度表示指南》

[3] GB/T 27025-2008 (idt ISO/IEC 17025:2005)《检测和校准实验室能力的通用要求》[S]

[4] 中国合格评定国家认可委员会，CNAS—CL01：2006《检测和校准实验室能力认可准则》（ISO/IEC17025：2005）[S]

[5] 中国合格评定国家认可委员会，CNAS－CL07：2011《测量不确定度的要求》[S]

[6] 中国合格评定国家认可委员会，CNAS-GL10:2006《材料理化检验测量不确定度评估指南及实例》[S]，中国计量出版社，2007 年 1 月第一版

[7] 国家质量技术监督检验检疫总局 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》[S]

[8] 国家质量技术监督检验检疫总局 JJF 1059.2-2012《用蒙特卡洛法评定测量不确定度》 [S].

[9] 国家质量技术监督局 JJF 1059-1999《测量不确定度评定与表示》[S]

[10] GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》[S]

[11]GB/T 6379.2《测量方法与结果的准确度 第2部分确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》[S]

[12]GB/T 6379.6-2009《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第6部分：准确度值的实际应用》[S]

[13] 王承忠 《测量不确定度与误差间的区别及在评定中应注意的问题》[J],《物理测试》 2004 年 No.1P.1-5，中国金属学会第十二届分析测试学术年会优秀论文，2004 年 10 月，北京

[14] 王承忠《检测实验室测量不确定度评定方法的探讨》[J],《冶金分析》 第

26 卷增刊 P.206，中国金属学会第十三届分析测试学术年会优秀论文，2006 年 10 月，北京

[**15**] 刘智敏　不确定度及其实践[M]　中国标准出版社 2000 年 6 月， ISBN 7-5066-2028-6

[**16**] 李慎安　测量不确定度表达百问[M]　中国计量出版社 2001年2月

[17] 王承忠 《材料理化检验测量不确定度评定方法的研究》[J],《理化检验》物理分册 2007 年 No.6 P.282–286，

[18] 王承忠 《测量不确定度验证方法及其应用实例》[J],《理化检验》物理分册 2008 年 No.10 P.550–553，

[19] 王承忠《测量不确定度基本原理和评定方法及在材料检测中的评定实例》[J]。《理化检验》物理分册 2013 年 No.9(P.597–604)， No.10(P.668–673)， No.11(P.756–758)， No.12(P.823–826), 2014 年 No.1(P.52–56)， No.2(P.133–136)， No.3(P.209–215)， No.4(P.281–286)。

[20] 朱莉、王承忠、纪红玲等 “扫描电镜测量微米级长度的不确定度评定” 《理化检验》 物理分册　2003 年 NO.1 P. 32－34。

[21] 朱莉、王承忠、纪红玲“分光光度计测铁矿石中钛的测量不确定度评定” 《理化检验》化学分册 2004 年 No.9 p.521－524.