

材料理化检测测量不确定度评定

案例汇编

中国合格评定国家认可委员会
宝山钢铁股份有限公司中央研究院

主编



中国质检出版社
中国标准出版社

材料理化检测测量不确定度评定 案例选编

中国合格评定国家认可委员会 主编
宝山钢铁股份有限公司中央研究院

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

材料理化检测测量不确定度评定案例选编/中国合格评定
国家认可委员会, 宝山钢铁股份有限公司中央研究院主编.

—北京: 中国标准出版社, 2018. 10

ISBN 978-7-5066-9040-9

I. ①材… II. ①中… III. ①工程材料—物理化学性质—
检测—案例—汇编 IV. ①TB302

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 157976 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100029)

北京市西城区三里河北街 16 号 (100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室: (010) 68533533 发行中心: (010) 51780238

读者服务部: (010) 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787 × 1092 1/16 印张 8.25 字数 190 千字

2018 年 10 月第一版 2018 年 10 月第一次印刷

*

定价: 48.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68510107

编 委 会

主 任：宋桂兰

副 主 任：肖 良 范朝晖 沈 巍

主 编：朱 莉 陈延青

副 主 编：王承忠 张 毅 唐丹舟 孙培琴

编写人员：（按姓氏笔画为序）

乙海峰	王承忠	冯典英	何晓蕾
朱 莉	孙海容	孙培琴	孙晓辰
李和田	李 宏	张 毅	陈延青
武维伟	杨晓婷	赵炳南	徐 恒
胡 莹	唐丹舟	龚 敏	缪乐德

主编单位：中国合格评定国家认可委员会
宝山钢铁股份有限公司中央研究院

参编单位：中国兵器工业集团第五三研究所
江苏省宏晟重工集团有限公司

序

测量不确定度是“表征合理地赋予被测量之值的分散性，与测量结果相联系的参数”，即描述了测量结果正确性的可疑程度或不肯定程度。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外，还要求知道检测或校准结果的测量不确定度。在按照相关标准规范做出符合性判定时亦需要不确定度信息。国际实验室认可合作组织（International Laboratory Accreditation Cooperation, ILAC）、亚太实验室认可合作组织（APLAC）、中国合格评定国家认可委员会（CNAS）都对实验室体系运行中检测/校准/检查结果的测量不确定度评定和应用提出了新的要求。

材料按组成为金属材料、非金属材料两大类。在金属材料检测测量不确定度评定的实践中，许多检测实验室认识到测量不确定度评定的重要性，但同时也感到由于理化检测专业的复杂性导致具体的评定发生困难。目前，非金属材料应用主要包括高分子材料、复合材料和陶瓷材料等。例如，高分子材料是由小分子材料聚合而成，随着聚合度或相对分子质量的不同，其宏观性能有很大差别。而测试检测相关从业人员因为对不确定度与材料特性理解的差异，在建模、数学处理方式与金属材料的检测不尽相同，缺乏统一的流程与模型，因此需要相应的不确定度评定案例以供相关从业人员借鉴与引用。

2006年，CNAS发布了CNAS-GL10:2006《材料理化检测测量不确定度评定指南及实例》，鉴于ISO/IEC GUIDE 98-3《测量不确定度 第3部分：测量不确定度表示指南》（简称GUM）和国家计量技术规范JJF 1059《测量不确定度评定与表示》均已进行重大修订，且检测方法及不确定度评定技术的应用也有新的发展，2015年启动了对CNAS-GL10修订工作，本书是这项课题研究输出的成果之一。

本书针对修订后的GUM和计量技术规范JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》及JJF 1059.2—2012《用蒙特卡洛法评定测量不确定度》，将金属和非金属材料两个检测领域综合起来，在实践的基础上通过实例的形式，采用GUM、蒙特卡洛评定法两种方法对测量不确定度评定方法作系统、全面地描述和示范，具有方法全面、实用性强的特点，为从事材料检测的机构进行不确定度评定工作提供了参考，有助于材料检测工作质量的控制和管理，便于检测机构提供更优质的检测服务。

宋桂兰

2018年7月

前 言

对材料的任何特性参量进行检测时，不管方法和仪器设备如何完善，其测量结果始终存在着不确定性。而测量不确定度是“表征合理地赋予被测量之值的分散性，与测量结果相联系的参数”，即描述了测量结果正确性的可疑程度或不肯定程度。测量的水平和质量用“测量不确定度”来评价。

1999 年，我国依据国际标准 ISO/IEC GUIDE 98-3《测量不确定度 第 3 部分：测量不确定度表示指南》（Uncertainty of measurement – Part 3 : Guide to the expression of uncertainty in measurement）（简称 GUM）制定了国家计量技术规范 JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》，虽然 GUM 和 JJF 1059 有广泛的适应性和兼容性，但不同专业、不同参数检测结果测量不确定度的评定则各有特点。实践中往往会发生理解规范容易，而实际评定困难的现象。具体的评定中，不同的参数和测试方法需要采用不同的方法来评定。许多检测实验室认识到测量不确定度评定的重要性，但同时由于理化检测专业的复杂性导致具体的评定发生困难。因此，希望能有一本实际检测工作中的材料力学性能、化学成分、物理性能测量不确定度的评定案例读物作为参考。CNAS-GL10: 2006《材料理化检测测量不确定度评定指南及实例》在这个背景下应运而生，针对金属材料检测领域的专业特点，在实践的基础上通过实例的形式，对测量不确定度评定方法作了系统、全面地描述和示范。

2008 年至 2012 年间，GUM 和计量技术规范 JJF 1059 陆续进行了重大修订，即 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》及 JJF 1059.2—2012《用蒙特卡洛法评定测量不确定度》，包括针对模型及概率密度分布的不同进行了细化规定等，并增加了相应附件。但目前对不确定度评定的理解和应用还停留在修订前阶段，与此对应的指南性文件，已不能适应新的需求，且不确定度评定技术也有了更多新的方法，亟待修订以应对新标准进行解读及对新增、优化相应案例进行引导。因此，2015 年，CNAS 启动了对指南性文件 CNAS-GL10: 2006 的修订工作。

在 CNAS 与宝钢股份中央研究院等研究单位的共同努力下，最终形成了修订后的指南文件 CNAS-GL009: 2018《材料理化检测测量不确定度评定指南及实例》（以下简称《指南》），提供了金属材料拉伸试验结果、硬度试验检测结果、滴定法分析结果、重量法分析

结果、仪器分析结果、材料物理性能检测等方面案例。为了便于检测机构在进行不确定度评定有更多的参考案例，本书提供了金属材料拉伸试验结果、硬度试验检测结果、滴定法分析结果、重量法分析结果、仪器分析结果、材料物理性能检测超声波纵波法探伤检测结果、塑料氧指数检测、橡胶门尼黏度测定结果等方面共 17 个测量不确定度评定典型案例，对金属和非金属材料两个检测领域的测量不确定度评定方法进行了较为详尽的描述，可以为材料检测工作中测量不确定度的评定提供指导和参考。

《指南》中附录 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、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和金属材料维氏硬度等检测结果测量不确定度，都用直接法进行了详细的评定，这些典型实例阐明了直接评定法的原理及具体步骤。本书在《指南》的基础上，又在第二章一、二及第三章一、二、四~八，以及第四章、第五章均给出了直接评定法的案例。

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。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，综合评定法能有效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。本书第二章三、四中有对布氏硬度、洛氏硬度检测等采用综合评定法进行不确定度评定的案例。

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。

GUM 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，目前 GUM 仍然是主要方法，MC 法是 GUM 的补充。GUM 是通过不确定度传播规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。具体区别见《指南》中表 5-1。本书在第三章三及第六章中分别给出了蒙特卡罗法的评定案例。

GUM 和 MC 法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，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。目前，典型的方法有 4 种，即精密度法、控制图法、线性拟合法和经验模型法。

精密度法提供了一种更为经济有效地利用重复性、再现性指标来进行不确定度评定的

手段。《指南》中 6.3 也给出了 3 个示例，这是根据目前标准化学测试方法提供的典型精密密度指标给出的不确定度评定方法，本书中不再赘述。

本书的编写和出版得到中国合格评定国家认可中心（CNAS）秘书处领导的大力支持。CNAS 实验室认可主任评审员王承忠教授为案例编写提供了技术指导和审核。宝钢股份中央研究院张毅教授、朱莉高级工程师及其团队成员提供了金属材料检测领域的案例，并为本书的编写投入了大量精力和时间。中国兵器工业集团第五三研究所冯典英高级工程师为本书提供了非金属材料检测领域的两个案例。江苏省宏晟重工集团有限公司乙海峰高级工程师提供了超声波探伤检测案例。CNAS 化学专业委员会全体委员在百忙之中为本书审稿把关。在此一并表示感谢。

由于编写时间仓促，加之编写人员水平有限，本书难免出现纰漏和不足之处，敬请广大读者批评指正，以便进一步完善。

编者

2018 年 3 月

目 录

第一章 综 述	1
一、测量不确定度评定的 GUM (Bottom - up) 方法	1
二、测量不确定度评定的蒙特卡罗 (MC) 方法	4
三、CNAS 对测量不确定度的要求及评定中应注意的问题	6
第二章 金属材料力学性能试验检测结果测量不确定度的评定实例	14
一、某航空结构钢拉伸试验检测结果测量不确定度的评定	14
二、某低强度钢矩形拉伸试样检测结果测量不确定度评定	26
三、热轧带肋钢筋拉伸性能试验检测结果测量不确定度评定	33
四、金属材料洛氏硬度试验检测结果测量不确定度的评定	42
五、金属材料布氏硬度试验检测结果测量不确定度的评定	52
第三章 材料化学成分分析结果测量不确定度评定实例	65
一、重铬酸钾滴定法测定铁矿石中全铁含量的测量不确定度评定	65
二、乙酸锌返滴定 EDTA 容量法测定高铝耐火材料中氧化铝含量的 测量不确定度评定	69
三、基于蒙特卡罗法的返滴定 EDTA 容量法测定高铝耐火材料中 氧化铝含量的测量不确定度评定	75
四、丁二酮肟重量法测定钢中镍含量的测量不确定度评定	79
五、电感耦合等离子体发射光谱法测定低合金钢中锰含量的测量 不确定度评定	83
六、红外碳硫分析仪测定钢中碳含量的测量不确定度评定	89
七、火花放电直读光谱法测定合金钢中镍含量的测量不确定度评定	92
八、电子探针 X 射线波长色散谱法测定镍铜合金钢中铜含量的测量 不确定度评定	96

第四章 物理性能检测结果及探伤测量不确定度的评定实例 100

 一、金相显微镜检测盘条样品总脱碳层深度的测量不确定度评定 100

 二、超声波纵波法探伤检测结果的测量不确定度评定 105

第五章 硬脂酸甲酯塑料氧指数检测结果的不确定度计算 112

第六章 橡胶门尼黏度测定结果不确定度蒙特卡洛法评定 115

参考文献 118

第一章 综 述

CNAS—GL009:2018《材料理化检测测量不确定度评定指南及实例》(以下简称《指南》)给出了材料理化检测中评定和表述测量不确定度的详细指导,对材料(主要是金属材料)理化检测结果的测量不确定度评定以及给出测量不确定度报告具有指导或参考价值。

GUM 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。在采用 GUM 进行不确定度的评定存在困难时,也可考虑采用蒙特卡洛法(简称 MC 法)来评定。本书主要就 GUM 的应用进行了案例评定,同时也提供了 MC 法的应用案例。

一、测量不确定度评定的 GUM(Bottom—up)方法

国家计量技术规范 JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》原则上等同采用国际标准 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 2008 版 GUM 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。这种方法应熟悉检测/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。

修订后的 2008 版 GUM(JJF 1059.1—2012)技术内容变化如下:

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“置信概率”等;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。JJF 1059.1—2012 主要涉及有明确定义,并且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 JJF 1059.1—2012 的方法不适用时,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。JJF 1059.1—2012 的方法的评

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 进行不确定度评定。

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定重复性的条款。

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定方法,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)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,一般应注明所取的包含因子 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。A.1 是关于 B 类标准不确定度的评定方法举例;A.2 是关于合成标准不确定度评定方法的举例;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。目的是便于使用者开阔视野,更深入地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,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。

对于从事材料理化检测的检测实验室,GUM 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。如何具体应用有广泛适应性和兼容性的 GUM(或 JJF 1059.1—2012)来正确评定检测结果的不确定度,具有一定难度。

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,经大量试验研究总结了两种实用的方法,即直接评定法和综合评定法。

1. 直接评定法

对于检测实验室,按照 GUM 或 JJF 1059.1—2012 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。所谓直接评定法,就是在明确试验条件(检测方法、环境条件、测量仪器、被测对象、检测过程等)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 $Y=f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ [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 $y=f(x_1, x_2, \dots, x_N)$],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 $x_1, x_2, \dots, x_N$ 的标准不确定度,称为标准不确定度分量 $u(x_1), u(x_2), \dots, u(x_N)$,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 $u_c(y)$,最后根据对包含概率的要求(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。

采用直接评定法,应具有以下三个前提:

1) 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,就包含了测量过程中所有影响测量不确定度的主要因素;

2) 由试验标准方法所决定的测量模型,能较容易地求出所有输入量的灵敏系数;

3) 各输入量之间有明确的相关或独立关系。

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。

2. 综合评定法

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,会存在以下问题:一是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;二是所有或部分输入量的不确定度分量量化困难;三是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,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。

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测,根据国家标准 GB/T 231.1—2009《金属材料 布氏硬度试验 第1部分:试验方法》的方法原理,其测量模型是

$$y = 0.102 \times \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

式中: y ——布氏硬度,HBW;

F ——试验力,N;

D ——压头球直径,mm;

d ——压痕平均直径。

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表达有两种方法,其一是

$$y = x \quad (1-1-1)$$

式中: x ——被测试样的参数读出值;

y ——被测试样的参数估计值即测定结果。

这种方法需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,例如,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,式(1-1-1)中被测试样的参数读出值 x 往往是由多个影响因素所决定。在许多情况下,输入量估计值 x 又可分解为 $x_1 + x_2 + \cdots + x_N$,因此,此测量模型用估计值表达也可写为

$$y = \sum_{i=1}^N x_i = x_1 + x_2 + \cdots + x_N \quad (1-1-2)$$

式中: y ——输入量估计值,即检测结果;

x_i ——试验过程中各个影响输出量的因素,即若干个输入量的若干个估计值。

实际上,式(1-1-1)和式(1-1-2)是一样的。如对于冲击试验,式(1-1-1)的 x 包含了试验过程中对检测结果(输出量估计值 y)的4个影响因素,而式(1-1-2)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4个影响因素,即4个输入量估计值。这时,因为各个输入量估计值的灵敏系数 $c_1 = \frac{\partial y}{\partial x_1} = c_2 = \frac{\partial y}{\partial x_2} = \cdots = c_N = \frac{\partial Y}{\partial x_N} = 1$,即都等于1。所以,合成不确定度的计算公式为

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y)$$

对于上述冲击项目的冲击吸收功 A_{kV} 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为

$$U = k \times \sqrt{u^2(x_1) + u^2(x_2) + u^2(x_3) + u^2(x_4)}$$

在评定中影响因素不可重复,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、重复评定要避免,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。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,还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材料理化检测结果测量不确定度评定中的某些难点。

二、测量不确定度评定的蒙特卡罗(MC)方法

蒙特卡罗方法即 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

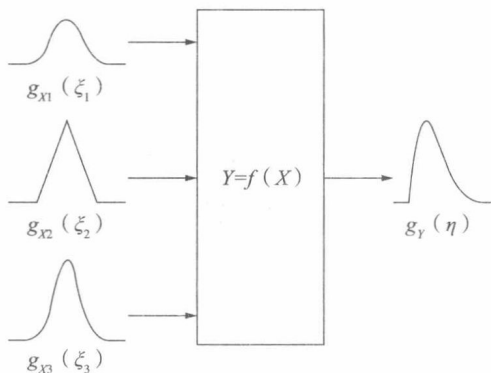


图 1-1-1 输入量独立时分布传播的描述

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 1-1-1 为由输入量 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,并列出了分别为相互独立的正态分布 $g_{x1}(\xi_1)$ 、三角分布 $g_{x2}(\xi_2)$ 和正态分布 $g_{x3}(\xi_3)$ 的3个输入量,而输出量 $g_Y(\eta)$ 的 PDF 显示为分布不对称的情形。

1. MC 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》规定,GUM 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》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: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。

2. 采用 MC 法评定不确定度需要注意的问题

1) 采用 MC 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与输出量的 PDF 形状及包含概率 p 有关。MC 法的试验次数也可以用自适应 MC 法确定,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,具体就是计算出的结果的两倍标准偏差需与 $u(y)$ 的数值容差 δ 进行比较,直至均小于 δ 方可表示数值结果稳定,以此确定试验次数。根据文献及使用经验来看,通常采用 100 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:先将标准不确定度数值 z 表示为 $c \times 10^l$ 的形式。其中, c 为 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。数值 z 的容差取 $\delta = \frac{1}{2}10^l$ 。采用自定义 MC 法需要用到数值容差的概念。如某次评定 $u(y) = 0.00035$, $n_{\text{dig}} = 2$, $u(y)$ 表示为 35×10^{-5} , $c = 35$, $l = -5$, 则 $\delta = \frac{1}{2} \times 10^{-5}$ 。

3) 输入量相关情况无法忽略时,GUM 在合成时需评定相关性影响,而 MC 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。由于测量过程均使用同一天平,输入量间强相关,GUM 中将相关系数近似放大为“1”进行了处理,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 MC 法涉及大量数值模拟和计算,应借助计算机软件来实现,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。

3. 用 MC 法验证 GUM 的结果

虽然 GUM 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并非易事。由于 MC 法的适用范围比 GUM 的更广泛,建议用 MC 法与 GUM 两种方法进行比较

来确认 GUM 是否通过 MC 法验证,步骤如下:

- 1) 应用 GUM 得到输出量的约定包含概率为 p 的包含区间 $y \pm U_p$;
- 2) 运用自适应 MC 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 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 和 MC 法获得的包含区间进行比较,确定是否能获得 GUM 提供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 和 MC 法所提供的包含区间各自端点的差的绝对值。如果 $d_{\text{low}} = |y - U_p - y_{\text{low}}|$ 和 $d_{\text{high}} = |y + U_p - y_{\text{high}}|$ 均不大于 δ ,则 GUM 可通过验证。

在获取 MC 法结果过程中应采用足够大的 MC 法试验次数 M 。当用 MC 法来验证 GUM 时,建议当采用自适应 MC 法时,提供数值容差为 $\delta/5$ 时的更为严格的结果来对 GUM 加以验证。

三、CNAS 对测量不确定度的要求及评定中应注意的问题

1. CNAS 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定以足够的重视,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定程序,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定。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,可以采用不同的评定方法。

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定测量不确定度。

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定。

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定,这时至少应通过分析方法,列出各主要的不确定度分量,并做出合理的评定。同时应确保测量结果的报告形式不会使客户产生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定,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定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。

2. 测量不确定度评定中应注意的一些问题

(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 $\left(\frac{u_c - u_{c-1}}{u_c}\right) \leq 10\%$,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测,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。

(2) A 类评定中标准差的安全因子

在理化检测工作中,对于有的检测项目来说,被测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,次数较少,那么试验重复性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”的办法来解决。国际上,有的标准如 GB/T 18779.2—2004/ISO/TS 14253-2:1999《产品几何量技术规范(GPS) 工件与测量设备的测量检验 第2部分:测量设备校准和产品检验中 GPS 测量的不确定度评定指南》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 1-1-1 所示。

表 1-1-1 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 $n \geq 10$ (即自由度 $\nu = n - 1 = 9$) 时,可认为由贝塞尔公式得出的标准