《铝土矿采制样不确定度评定方法》

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据中国出入境检验检疫协会《中国出入境检验检疫协会关于批准《铝土矿采制样不确定度评定方法》等六项团体标准立项的通知》(中检协标〔2024〕6 号)文件的要求，由中国检验认证集团河北有限公司起草制定本标准（立项号：P/CIQA-169-2024）。

（二）起草单位、起草人

牵头单位和起草单位： 中国检验认证集团河北有限公司

主要参与单位：XXX、XXX

主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

二、制定标准的必要性和意义

（一）契合国际合格评定要求

测量不确定度作为衡量测量结果的关键指标，合理地体现了被测量量值的分散性，对测量结果的可信性、可比性和可接受性意义重大，是评估测量活动质量的重要依据。国际上合格评定活动的各个相关方，包括消费者、生产商以及政府等，都对测量不确定度给予了高度关注。在认证认可相关标准文件中，分析不确定度来源时明确要求将抽样引入的不确定度作为关键部分纳入考量。制定该团体标准，能够有效提升铝土矿采制样管理体系运行与认可规范文件要求的一致性，满足国际合格评定活动的要求，使相关活动更具规范性和可信度。

（二）提供量化评价方法

由于铝土矿自身成分分布不均匀且品质波动较大的特性，对现场检验员的采制样能力要求较高。过去，主要采用现场监督、查看人员培训记录等定性方式来评价检验机构的采制样能力，缺乏量化的科学依据。而《铝土矿采制样不确定度评定方法》团体标准的制定，为评价检验机构采制样能力提供了一种可以量化的数学统计方法。通过该方法，能够更准确、客观地评估检验机构在铝土矿采制样方面的能力水平，有助于提高行业整体的采制样质量。

（三）填补国内标准空白

目前国内在铝土矿采制样不确定度评定方法方面暂无相应标准，尽管国家和行业已制定了一系列铝土矿采制样和检测标准，为新的标准制定提供了基础，但仍缺少针对不确定度评定方法的标准。本团体标准的制定，有效填补了这一空白，完善了铝土矿采制样领域的标准体系，使铝土矿采制样不确定度评定有标准可依，推动行业在该领域的规范化发展。

三、主要起草过程

（一）立项、成立工作组

2024年3月，上报团标项目建议书、立项申请书。

2024年3月，中国出入境检验检疫协会下达了《铝土矿采制样不确定度评定方法》 批准立项通知 。立项号： P/CIQA-169-2024。文件号：中检协标〔2024〕6号。同时成立了标准编制工作组开始了标准的研制工作。

（二）标准起草

2024年4月至2024年6月，工作组成员主要查阅了铝土矿有关的标准、技术文献等资料。根据实际情况，对相关资料进行了收集、整理、讨论。初步确定了技术路线，从而确保《铝土矿采制样不确定度评定方法》团体标准编制具有科学性、实用性、可操作性。

2024年7月-10月，工作组成员对北欧创新中心TR604《Uncertainty from sampling–A NORDTEST handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty Estimation》进行了翻译。

2024年11月-2025年2月，组织试验验证。

2025年3月，基本完成标准草案。

（三）征求意见

（四）标准审查

四、标准制定原则和依据

（一）标准制定原则

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部 分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草，遵循政策性、科学性、适用性、可持续发展、安全性和通俗易懂的原则。没有与现行法规和其它强制性标准冲突。

（二）制定主要依据

GB/T 27418 测量不确定度评定与表示

GB/T 27411 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法

GB/T 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法

GB/T 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法

GB/T 2009 散装矾土取样、制样方法

GB/T 25945 铝土矿 取样程序

GB/T 25949 铝土矿 样品制备

GB/T 25946 铝土矿 取样偏差的检验方法

GB/T 25943 铝土矿 检验取样精度的实验方法

GB/T 17989.2 控制图 第2部分：常规控制图

TR 604 采样不确定度-北欧创新中心制定的关于采样质量保证和不确定度估计的采样计划手册（Uncertainty from sampling–A NORDTEST handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty Estimation）

五、国内外标准情况

国内未发布铝土矿采制样不确定度评定方法的标准。北欧创新中心TR604中规定了广泛的采制样不确定度评定的数据统计计算方法，并给出铁矿石采制样不确定度评定的示例，未给出铝土矿采制样不确定度评定示例。

六、采用国际标准情况

北欧创新中心TR604规定了一种评定采制样过程中不确定度的计算方法，并给出了铁矿石采制样不确定度评价示例。针对铝土矿与铁矿石的性质的一致性和差异性，本文修改采用北欧创新中心TR604（p4-p25）中采制样不确定度计算方法。相对于TR604，本文增加了对铝土矿采制样偏差检验的限制说明（要求铝土矿采制样偏差符合GB/T 25946或GB/T2007.5的要求）和铝土矿采制样不确定度评定示例。

七、范围及主要技术内容

（一）范围

本文件规定了铝土矿采制样方法偏差符合要求时的采制样不确定度评定方法。

本文件适用于铝土矿采制样方法偏差符合要求时的采制样不确定度评定方法。

（二）主要技术内容及验证

1、确定偏差可接受程序

经过国内检验机构多年验证，GB/T2007.1-1987、GB/T2007.2-1987、GB/T 25945-2010、GB/T 25949-2010和GB/T 2009-1987用于铝土矿采制样时偏差符合GB/T 25946-2010和GB/T 2007.5-1987要求。

中国检验认证集团河北有限公司黄骅港分场所依据GB/T 2007.5-1987对铝土矿采制样班组（A班和B班，以A班为参比方法）进行铝土矿采制样偏差验证。每个班组对同一批次5000吨，品质波动为大的铝土矿，依据GB/T 2009-1987（份样要求不低于140个）分别采取20个副样（每个副样包括7个份样），对副样分别制样送实验室检测铝土矿中三氧化二铝质量分数。三氧化二铝质量分数最大允许系统误差采用总精密度（）的二分之一（本次验证）。结果见表1。

表1 20个副样三氧化二铝原始结果记录表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 副批号 i | 三氧化二铝含量/% | |  |  |
|  |  |
| 1 | 43.11 | 42.85 | 0.26 | 0.0676 |
| 2 | 43.44 | 43.22 | 0.22 | 0.0484 |
| 3 | 43.18 | 42.94 | 0.24 | 0.0576 |
| 4 | 43.55 | 42.58 | 0.97 | 0.9409 |
| 5 | 42.86 | 43.37 | -0.51 | 0.2601 |
| 6 | 43.04 | 42.97 | 0.07 | 0.0049 |
| 7 | 43.16 | 43.24 | -0.08 | 0.0064 |
| 8 | 42.69 | 42.95 | -0.26 | 0.0676 |
| 9 | 42.51 | 43.50 | -0.99 | 0.9801 |
| 10 | 43.58 | 43.33 | 0.25 | 0.0625 |
| 11 | 42.95 | 43.32 | -0.37 | 0.1369 |
| 12 | 42.92 | 42.74 | 0.18 | 0.0324 |
| 13 | 43.31 | 42.98 | 0.33 | 0.1089 |
| 14 | 43.38 | 42.83 | 0.55 | 0.3025 |
| 15 | 42.44 | 43.29 | -0.85 | 0.7225 |
| 16 | 42.63 | 42.93 | -0.3 | 0.0900 |
| 17 | 42.60 | 43.58 | -0.98 | 0.9604 |
| 18 | 42.57 | 42.70 | -0.13 | 0.0169 |
| 19 | 43.29 | 43.30 | -0.01 | 0.0001 |
| 20 | 42.64 | 42.87 | -0.23 | 0.0529 |

=-0.082%， =4.78512， =0.5018%， D=0.897；

在表1中查找相应的的D值，确定=17，本次试验k=20,<k,表明数据组数已经足够。

计算,t=1.729,<t。

结论：在95%置信度下，差值=-0.082%不明显，可以忽略不计，采制样班组A班和B班人工采制样不存在偏差。

2、铝土矿采制样不确定度评定方法验证

从8个或8个以上交货批中，依据GB/T 2009-1987、GB/T 2007.1-1987或GB/T 25945-2010进行采样，采取的份样数应符合标准规定的双倍量要求，并交替组成两个大样Xi1和Xi2。依据GB/T 2009-1987、GB/T 2007.2-1987或GB/T 25949-2010将采取的大样制备为Xi1和Xi2 两个样品，并根据实验室检测方法检测三氧化二铝结果，得到四个测量值Xi11、Xi12、Xi21、Xi22。采用极差法或单因子方法计算铝土矿采制样不确定度、采制样扩展不确定。

本部分内容由中国检验认证集团河北有限公司、中国检验认证集团秦皇岛有限公司、石家庄海关技术中心黄骅港业务部共同完成验证。下面为中国检验认证集团河北有限公司黄骅港分场所实验室的验证过程。

从10个交货批中，依据GB/T 2009-1987进行采样，采取的份样数应符合标准规定的双倍量要求，并交替组成两个大样Xi1和Xi2。依据GB/T 2009-1987将采取的大样制备为Xi1和Xi2 两个样品，并根据实验室分析方法检测三氧化二铝结果，得到四个测量值Xi11、Xi12、Xi21、Xi22。原始数据列于表2中。

表2 10个检验批三氧化二铝原始结果记录表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Lot i | 三氧化二铝含量/% | | | |
| Xi11 | Xi12 | Xi21 | Xi22 |
| 1 | 43.27 | 43.08 | 42.63 | 42.79 |
| 2 | 42.88 | 42.65 | 43.01 | 43.13 |
| 3 | 42.75 | 42.45 | 42.73 | 43.16 |
| 4 | 42.58 | 42.97 | 43.11 | 43.30 |
| 5 | 42.51 | 42.63 | 42.76 | 43.02 |
| 6 | 42.91 | 42.91 | 42.57 | 42.62 |
| 7 | 42.90 | 42.96 | 42.85 | 43.00 |
| 8 | 43.42 | 43.64 | 42.71 | 42.96 |
| 9 | 43.00 | 43.20 | 42.40 | 42.67 |
| 10 | 43.32 | 43.04 | 42.93 | 42.90 |

2.1极差法评定采制样不确定度

根据表2中三氧化二铝原始结果计算样品平均值、、检测结果极差、;相对极差、和试样间极差，相对极差。计算结果列于表3中。

表3 10个检验批三氧化二铝计算结果记录表

| Lot i |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| % | % | % | % | % | % | % | % |
| 1 | 43.18 | 42.71 | 0.19 | 0.44 | 0.16 | 0.37 | 0.47 | 1.08 |
| 2 | 42.77 | 43.07 | 0.23 | 0.54 | 0.12 | 0.28 | 0.30 | 0.71 |
| 3 | 42.60 | 42.95 | 0.30 | 0.70 | 0.43 | 1.00 | 0.35 | 0.81 |
| 4 | 42.78 | 43.21 | 0.39 | 0.91 | 0.19 | 0.44 | 0.43 | 1.00 |
| 5 | 42.57 | 42.89 | 0.12 | 0.28 | 0.26 | 0.61 | 0.32 | 0.75 |
| 6 | 42.91 | 42.60 | 0.00 | 0.00 | 0.05 | 0.12 | 0.31 | 0.74 |
| 7 | 42.93 | 42.93 | 0.06 | 0.14 | 0.15 | 0.35 | 0.00 | 0.01 |
| 8 | 43.53 | 42.84 | 0.22 | 0.51 | 0.25 | 0.58 | 0.69 | 1.61 |
| 9 | 43.10 | 42.54 | 0.20 | 0.46 | 0.27 | 0.63 | 0.56 | 1.32 |
| 10 | 43.18 | 42.92 | 0.28 | 0.65 | 0.03 | 0.07 | 0.26 | 0.62 |

经计算：

以标准偏差表示采制样不确定度：

以相对标准偏差表示采制样不确定度：

包含概率为95%时，采制样扩展不确定度为：

或

2.2单因子方差法测定采制样不确定度

根据单因子方差法的要求，在表2和表3的基础上计算出单个检测结果与试样双试验检测结果平均值之间的差值，批次平均值，批次平均值与相应批次试样平均值之间的差值平方，结果记录在表4。

表4 10个检验批中三氧化二铝采制样标准偏差计算

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Lot i |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| % | % | % | % | % | % | % |
| 1 | 43.27 | 43.08 | 42.63 | 42.79 | 43.18 | 42.71 | 42.94 | 0.10 | 0.08 | 0.0529 |
| 2 | 42.88 | 42.65 | 43.01 | 43.13 | 42.77 | 43.07 | 42.92 | 0.12 | 0.06 | 0.0225 |
| 3 | 42.75 | 42.45 | 42.73 | 43.16 | 42.6 | 42.95 | 42.77 | 0.15 | 0.21 | 0.0324 |
| 4 | 42.58 | 42.97 | 43.11 | 43.30 | 42.78 | 43.21 | 42.99 | 0.20 | 0.09 | 0.0484 |
| 5 | 42.51 | 42.63 | 42.76 | 43.02 | 42.57 | 42.89 | 42.73 | 0.06 | 0.13 | 0.0256 |
| 6 | 42.91 | 42.91 | 42.57 | 42.62 | 42.91 | 42.6 | 42.75 | 0.00 | 0.02 | 0.0225 |
| 7 | 42.90 | 42.96 | 42.85 | 43.00 | 42.93 | 42.93 | 42.93 | 0.03 | 0.07 | 0.0000 |
| 8 | 43.42 | 43.64 | 42.71 | 42.96 | 43.53 | 42.84 | 43.18 | 0.11 | 0.13 | 0.1156 |
| 9 | 43.00 | 43.20 | 42.40 | 42.67 | 43.1 | 42.54 | 42.82 | 0.10 | 0.13 | 0.0784 |
| 10 | 43.32 | 43.04 | 42.93 | 42.90 | 43.18 | 42.92 | 43.05 | 0.14 | 0.02 | 0.0169 |

经计算：

包含概率为95%时，采制样扩展不确定度为：

或

3、质量控制

每隔一段时间（空间）进行一次采样活动。中国中检河北公司黄骅港分场所在铝土矿采制样不确定度评定完成后每周进行1次验证，验证了8周。根据GB/T 2009-1987进行采样，采取的份样数应符合标准规定的双倍量要求，并交替组成两个大样Xi1和Xi2。依据GB/T 2009-1987将大样制备为Xi1和Xi2 两个样品，依据实验室检测方法检测铝土矿中的三氧化二铝结果，并记为Xi11、Xi12、Xi21、Xi22。原始数据列于表4之中。

表4 质量控制:8个检验批三氧化二铝原始结果记录表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Lot i |  |  |  |  |
| % | % | % | % |
| 1 | 43.29 | 43.11 | 42.59 | 42.74 |
| 2 | 42.94 | 42.72 | 43.19 | 43.18 |
| 3 | 42.81 | 42.51 | 42.69 | 43.29 |
| 4 | 42.66 | 43.01 | 43.56 | 43.31 |
| 5 | 42.51 | 42.63 | 42.89 | 43.15 |
| 6 | 42.86 | 42.87 | 42.66 | 42.73 |
| 7 | 42.87 | 42.99 | 42.46 | 43.09 |
| 8 | 43.51 | 43.78 | 42.83 | 43.01 |

采用单因子方差法评定的测量相对标准差设置警告限WL、行动限AL、中心线CL。

警告限WL：

行动限AL：

中心线CL：

根据表4中的原始数据计算平行试样对应检测值的平均值以及平行试样对应检测值之间的相对极差。计算结果列于表5中。绘制极差控制图，如图1所示。

表5 质量控制：计算批次样品之间的相对极差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Lot i | k |  |  |  |  |  |
| % | % |
| 1 | 1 | 43.29 | 42.59 | 0.70 | 42.94 | 1.63 |
| 2 | 1 | 42.94 | 43.19 | 0.25 | 43.07 | 0.58 |
| 3 | 1 | 42.81 | 42.69 | 0.12 | 42.75 | 0.28 |
| 4 | 1 | 42.66 | 43.56 | 0.90 | 43.11 | 2.09 |
| 5 | 1 | 42.51 | 42.89 | 0.38 | 42.70 | 0.89 |
| 6 | 1 | 42.86 | 42.66 | 0.20 | 42.76 | 0.47 |
| 7 | 1 | 42.87 | 42.46 | 0.41 | 42.67 | 0.96 |
| 8 | 1 | 43.51 | 42.83 | 0.68 | 43.17 | 1.58 |
| 1 | 2 | 43.11 | 42.74 | 0.37 | 42.93 | 0.86 |
| 2 | 2 | 42.72 | 43.18 | 0.46 | 42.95 | 1.07 |
| 3 | 2 | 42.51 | 43.29 | 0.78 | 42.90 | 1.82 |
| 4 | 2 | 43.01 | 43.31 | 0.30 | 43.16 | 0.70 |
| 5 | 2 | 42.63 | 43.15 | 0.52 | 42.89 | 1.21 |
| 6 | 2 | 42.87 | 42.73 | 0.14 | 42.80 | 0.33 |
| 7 | 2 | 42.99 | 43.09 | 0.10 | 43.04 | 0.23 |
| 8 | 2 | 43.78 | 43.01 | 0.77 | 43.40 | 1.77 |

测量相对不确定度：

警告限WL ：

行动限AL：

中心线CL：

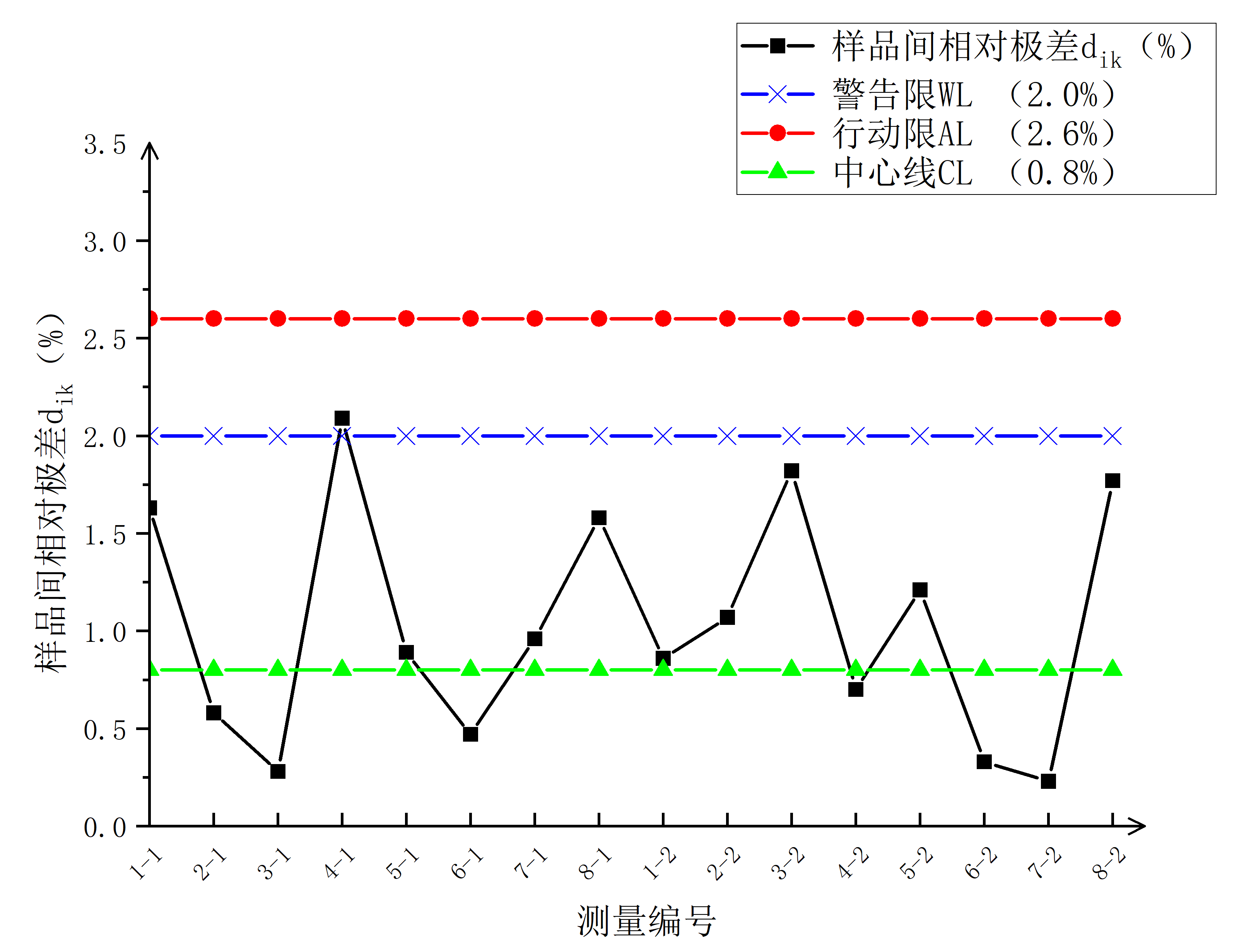


图1 极差控制图

对结果进行判断：极差控制图显示，样品间相对极差仅有一次超过警告限WL，且在此之前的两次测量结果均小于警告限，因此计算得出的测量不确定度仍处于可控范围之内。

八、重大意见分歧的处理意见和结果

无重大意见分歧。

九、征求意见汇总