

粉煤灰烧失量检测的不确定度

孙 晨

舟山市水运工程检测中心有限公司 浙江 舟山 316000

摘 要：粉煤灰烧失量检测是评估其未燃碳含量及质量的关键指标。本文聚焦于粉煤灰烧失量检测的不确定度问题。首先阐述粉煤灰烧失量检测的基本原理，包括检测方法依据、具体操作流程及原理核心剖析。接着深入分析检测不确定度的来源，涵盖样品本身、检测仪器、操作人员以及环境等多方面因素。最后针对这些不确定度来源，提出一系列降低不确定度的策略，如优化取样方法、严格控制样品含水量、加强人员培训、定期校准仪器以及控制检测环境等，旨在提高粉煤灰烧失量检测的准确性与可靠性。

关键词：粉煤灰；烧失量；检测来源分析；策略

引言：在建筑材料领域，粉煤灰作为一种重要的掺合料，其质量把控至关重要，而烧失量是衡量粉煤灰质量的关键指标之一。准确检测粉煤灰烧失量，对于保证建筑工程质量、优化材料性能具有不可忽视的作用。然而，在实际检测过程中，由于多种因素的影响，检测结果往往存在一定的不确定度，这可能影响对粉煤灰质量的准确判断。深入探究粉煤灰烧失量检测的不确定度，分析其来源并寻求降低不确定度的有效策略，成为当前建筑材料检测领域亟待解决的重要课题，对于提升检测水平、保障工程质量意义重大。

1 粉煤灰烧失量检测的基本原理

1.1 检测方法依据

粉煤灰烧失量检测依据国家标准GB/T1596-2017《用于水泥和混凝土中的粉煤灰》执行，该标准明确规定了烧失量检测的温度范围（ $950\text{℃}\pm 25\text{℃}$ ）、恒重标准（连续两次称量差 $\leq 0.0005\text{g}$ ）及计算方法。其核心原理是通过高温灼烧驱除粉煤灰中的水分、二氧化碳及未燃尽碳等可挥发物质，通过测量灼烧前后质量差计算烧失量百分比。该指标直接反映粉煤灰中无效成分（如残余碳）的含量，是评估粉煤灰品质的关键参数，对混凝土需水量、强度及耐久性具有显著影响。

1.2 具体操作流程

检测流程分为样品准备、灼烧恒重、冷却称量三个阶段。首先，将粉煤灰样品经四分法缩分至100g，称量约1g，置于已灼烧至恒重的瓷坩埚中，精确称量至0.0001g；其次，将坩埚放入高温炉，从低温逐渐升温至 $950\text{℃}\pm 25\text{℃}$ ，灼烧15-20分钟，取出后置于干燥器冷却至室温；最后，重复灼烧、冷却、称量步骤，直至连续两次称量差 $\leq 0.0005\text{g}$ ，记录最终质量。整个过程需严格遵循温度控制、恒重判定及冷却规范，确保数据准确性。

1.3 原理核心剖析

粉煤灰烧失量检测的核心原理基于高温氧化反应。在 $950\text{℃}\pm 25\text{℃}$ 条件下，粉煤灰中的未燃尽碳（C）与氧气（ O_2 ）发生氧化反应生成二氧化碳（ CO_2 ）逸出，同时少量挥发性物质（如硫化物）分解挥发，导致样品质量减少。通过精确测量灼烧前后质量差（ Δm ），结合公式“烧失量（%）=（ Δm /原始样品质量） $\times 100\%$ ”计算结果。该指标实质反映了粉煤灰中无效成分的比例，烧失量过高（如 $> 5\%$ ）会降低粉煤灰的火山灰活性，增加混凝土需水量，削弱其强度与耐久性，因此是质量控制的核心参数^[1]。

2 粉煤灰烧失量检测不确定度的来源分析

2.1 样品本身因素

样品本身特性对粉煤灰烧失量检测不确定度有显著影响。不同来源、批次的粉煤灰，其化学成分和矿物组成存在差异，这会导致在烧失过程中反应程度不同。例如，含碳量高的粉煤灰，在高温下碳燃烧产生的烧失量变化较大，增加了结果的不确定性。此外，样品的均匀性也至关重要，若样品混合不均匀，取样时各部分成分不一致，使得所取样品不能代表整体，进而影响检测结果的准确性。而且，样品的粒度分布也会对烧失过程产生影响，粒度不均会使燃烧速度和程度不同，最终造成烧失量检测结果的不确定度增大。

2.2 检测仪器因素

检测仪器是影响粉煤灰烧失量检测不确定度的重要因素。高温炉的温度控制精度直接影响烧失过程，若温度波动较大，会使样品中的成分反应不完全或过度反应，导致烧失量测量不准确。天平的精度和稳定性也至关重要，称量样品和灼烧后残余物质量时，天平的误差会直接传递到最终结果中。此外，仪器长期使用后的老

化、磨损，以及未及时校准，都会使测量数据产生偏差。例如，高温炉内温度场不均匀，不同位置的样品受热情况不同，也会造成烧失量检测结果的不一致，增加不确定度。

2.3 操作人员因素

操作人员在粉煤灰烧失量检测过程中起着关键作用，其操作水平和熟练程度会影响检测结果的不确定度。操作人员在取样时，若未能严格按照标准方法进行，取样量不准确或取样不具有代表性，会导致检测结果偏离真实值。在称量样品和残余物时，操作手法不规范，如未等天平示数稳定就读数，会造成质量测量误差。在高温灼烧过程中，对灼烧时间和冷却时间的控制不精准，也会影响烧失量的测定。而且，不同操作人员对标准方法的理解和执行存在差异，这些人为因素都会使检测结果产生波动，增加不确定度。

2.4 环境因素

环境条件对粉煤灰烧失量检测不确定度有一定影响。温度方面，实验室环境温度的波动可能会影响天平的称量精度，尤其是在称量对温度敏感的样品和残余物时。湿度也是一个重要因素，高湿度环境可能使样品吸湿，导致称量质量不准确，同时也会影响高温炉的性能和样品的烧失过程。此外，空气流动情况也不容忽视，在称量过程中，空气流动过快可能会使天平示数不稳定，影响称量结果。而且，实验室内的振动、灰尘等也可能干扰仪器的正常运行，进而对粉煤灰烧失量检测结果产生不确定度影响^[2]。

3 降低粉煤灰烧失量检测不确定度的策略

3.1 优化取样方法

(1) 采用分层随机取样确保代表性。粉煤灰在储存过程中易因颗粒密度差异形成自然分层，若仅取表层或单一位置样品，会导致未燃碳等成分分布不均，增大检测误差。应将储存容器划分为上、中、下三层，每层按圆周四等分点设置取样点，使用旋转式取样器垂直插入不同深度取样，确保各层次、各方位的颗粒均被采集。混合各点样品后，再通过四分法缩分至检测所需量，可有效消除分层导致的成分偏差。(2) 严格控制取样工具与容器洁净度。取样前需用无水乙醇清洗取样勺、分样器等工具，并置于105℃干燥箱中烘干，避免工具残留物污染样品。取样容器应选用广口玻璃瓶或不锈钢罐，内壁光滑且密封性良好，取样后立即加盖密封，防止样品吸湿或挥发性物质逸散。取样过程中，操作人员需佩戴洁净手套，避免手部汗液、油脂接触样品，减少人为污染风险。(3) 规范取样量与记录流程。根据粉煤灰批次

总量按比例确定取样量（如每50吨取样不少于2kg），确保样品量满足重复检测需求。取样时需详细记录储存条件（温度、湿度）、取样位置及时间，并附上样品标签，实现取样过程可追溯。通过标准化操作，可显著提升样品的代表性与检测结果的可靠性。

3.2 严格控制样品含水量

在涉及样品检测分析的诸多场景中，严格控制样品含水量是保障检测结果精准可靠的关键因素。而干燥后的储存与密封管理，更是这一控制环节的重中之重。干燥完成的样品，其内部结构和物理性质处于相对稳定但敏感的状态。此时应立即将其转移至干燥器中冷却至室温，且冷却时间不得少于30分钟。这是因为若冷却过快、骤冷，样品会迅速吸收周围空气中的水分，导致含水量回升，影响后续检测。有实验表明，未按规定冷却的样品，含水量可能增加0.3%-0.5%。储存容器要选用带硅胶干燥剂的广口玻璃瓶。硅胶干燥剂能有效吸附瓶内微量水分，维持干燥环境。密封前，务必仔细检查瓶口密封圈完整性，确保无丝毫泄漏，防止外界湿气侵入。储存环境需保持干燥，相对湿度应控制在 $\leq 40\%$ ，同时温度要 $\leq 25^\circ\text{C}$ 。在这样的环境下，能最大程度防止样品重新吸湿或发生氧化反应。取用样品时，要快速开启容器，尽量缩短样品暴露在空气中的时间，取样后立即重新密封。

3.3 加强人员培训

(1) 开展系统化理论培训，筑牢专业根基。组织检测人员深入学习粉煤灰烧失量检测相关标准（如GB/T1596-2017）及技术规范，重点解析检测原理、仪器操作要点与质量控制要求。通过专题讲座、标准条款解读等形式，明确样品处理（如取样均匀性、含水量控制）、检测流程（如灼烧温度设定、恒重判定）及数据处理（如误差分析、结果修正）等环节的技术规范，确保操作人员对标准方法的理解准确无误，减少因理论认知偏差导致的操作失误。(2) 强化实操技能训练，提升操作规范性。制定分阶段实操培训计划，从基础操作（如天平校准、坩埚放置）到复杂流程（如高温炉控温、冷却条件管理）进行分步指导。培训中重点纠正不规范动作（如未关闭天平防风罩、灼烧时频繁开炉门），并通过模拟检测场景训练操作人员对异常情况的判断与处理能力。定期组织实操考核，要求操作人员独立完成全流程检测，考核指标包括操作规范性、数据准确性及结果重复性，确保技能水平符合检测要求。(3) 建立持续学习与考核机制，保持能力更新。鼓励检测人员参与行业技术交流活动，跟踪粉煤灰检测领域的新技术

术、新方法。每季度开展内部能力验证,通过盲样考核、交叉检测等方式评估检测稳定性,对考核不合格者进行针对性强化培训,并将培训记录与考核结果纳入人员绩效管理,形成“培训-考核-改进”的闭环,持续提升检测团队的专业能力。

3.4 定期校准仪器

(1) 依据仪器特性与使用强度制定精准校准周期。对于粉煤灰烧失量检测中的核心仪器,如高精度分析天平,因其频繁用于样品称量且对称量精度要求极高,建议每月进行一次全面校准,重点核查零点稳定性、量程线性度及示值误差等参数,确保称量结果偏差不超过 $\pm 0.1\text{mg}$ 。高温炉作为控制灼烧温度的关键设备,每季度需开展温度均匀性及准确性验证,通过多点布设热电偶,检测空载及满载状态下的温度场分布,保证实际温度与设定值偏差 $\leq \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$,避免因温度波动导致样品碳化反应不完全。(2) 严格遵循规范流程与标准开展校准工作。校准前需对标准器具(如标准砝码、温度校准仪)进行预检,确认其处于有效期内且状态良好。天平校准时,需覆盖常用量程范围,记录示值误差并计算最大允许误差(MPE)。高温炉校准需模拟实际检测条件,在样品放置区域布设热电偶,监测升温速率、恒温稳定性及温度均匀性。校准过程中,操作人员需详细记录环境温湿度、校准时间及原始数据,确保校准结果可追溯。(3) 建立校准结果动态管理机制。对校准合格的仪器,需在显著位置粘贴校准合格标识,注明校准日期、有效期及校准人员信息。若校准结果超出允许偏差,应立即停止使用该仪器,并联系专业维修人员进行调试或更换关键部件,复检合格后方可重新投入检测。同时,将校准数据与检测结果关联分析,评估仪器误差对烧失量检测的影响程度,必要时在结果报告中注明仪器校准状态,为检测数据的准确性提供双重保障。

3.5 控制检测环境

(1) 精准调控温湿度条件。温度波动会直接影响天平称量精度与高温炉控温稳定性,湿度过高则可能导致样品吸湿或仪器内部元件腐蚀。试验室应配备高精度温湿度

控制系统,将温度严格控制在 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 、相对湿度维持在40%—50%范围内。每日检测前,需使用经校准的温湿度记录仪监测环境参数,若超出允许范围,立即启动空调或除湿设备调节,待环境稳定30分钟后再开展检测,避免因温湿度骤变引发样品质量变化或仪器读数偏差。(2) 强化空气洁净度管理。试验室内的粉尘、挥发性气体或微生物可能附着于样品表面,干扰烧失量检测结果。需每日清洁试验台面、地面及通风系统,减少粉尘积聚;检测过程中关闭门窗,避免外部气流扰动;若使用通风橱,需控制排风速度在 $0.3\text{—}0.5\text{m/s}$,防止样品冷却过快或挥发性物质逸散。同时,禁止在试验室内进食、吸烟或存放化学试剂,降低交叉污染风险。(3) 优化仪器布局与防振措施。天平、高温炉等精密仪器应远离门窗、空调出风口等振动源,并放置于专用减振台面上,减少机械振动对称量及控温的影响。试验台面需保持整洁,避免仪器与硬物碰撞,确保检测过程中仪器状态稳定,进一步提升烧失量检测结果的准确性与重复性^[3]。

结束语

在粉煤灰烧失量检测中,不确定度作为衡量检测结果可靠性的核心指标,贯穿于取样、样品处理、仪器操作及环境控制等全流程。通过优化取样方法确保样品代表性、严格控制含水量消除水分干扰、加强人员培训规范操作流程、定期校准仪器保障设备精度,以及精准控制检测环境降低外部因素影响,可系统性降低不确定度来源。未来需持续完善不确定度评估模型,结合先进检测技术与智能化管理手段,进一步提升检测数据的精度与可比性,为粉煤灰质量评价及资源化利用提供更坚实的技术支撑。

参考文献

- [1]陈雯.粉煤灰中烧失量检测的不确定度研究[J].山西建筑,2021,44(24):79-80.
- [2]唐蕾.粉煤灰中烧失量检测的不确定度分析[J].粉煤灰,2022(5):5-6.
- [3]安奇林.浅析粉煤灰烧失量不确定度[J].建材世界,2021,38(2):22-25