

国家计量技术规范规程制修订

《全自动游离二氧化硅前处理系统校准规范》
实验报告

2026 年 8 月

实验报告

一、 实验目的

验证《全自动游离二氧化硅前处理系统校准规范》的适用性和可行性。

二、 实验地点

验证实验均在相关实验室完成。

三、 环境条件

实验过程中环境温度均在（5~40）℃，相对湿度≤90%。

四、 实验仪器与实验设计

在验证实验中，对江苏科舜生物科技有限公司、北京吉天仪器有限公司、厦门迪分德科技有限公司等公司生产的 4 台全自动游离二氧化硅前处理系统进行了验证实验，覆盖了国内疾病预防控制中心、职业病防治机构常用的全自动游离二氧化硅前处理系统类型。

五、 测量标准及其他设备

5.1 温度测试仪

测量范围（0~300）℃，最大允许误差为±0.1℃。

5.2 电子秒表

分辨力 0.01 s，测量间隔 1 天（d）的最大允许误差为±0.5 s。

5.3 电子天平

测量范围≥ 200 g，分度值不大于 1 mg，Ⅲ级。

5.4 pH 标准物质

应选择 pH 有证标准物质， $U \leq 0.01$ （ $k=2$ ）。

5.5 游离二氧化硅标准物质

GBW(E)091021/GBW(E)091022 煤矿粉尘中游离二氧化硅标准物质(焦磷酸法)， $U \leq 1.0\%$ （ $k=2$ ）。

5.6 马弗炉

控温范围（750~1200）℃，A 级。

5.7 其他

a) 焦磷酸分析纯：浓度在 90%及以上的焦磷酸；或用磷酸制备成焦磷酸，将 85%（w/w）的磷酸加热到沸腾，至 250℃不冒泡为止，放冷，存于试剂瓶中。

b) 盐酸分析纯：用于配置 0.1 mol/L 盐酸溶液。

c) 纯水：符合 GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》要求的三级水。

六、实验结果

6.1 江苏科舜生物科技有限公司 BIO-6 验证实验

根据校准规范的要求，对江苏科舜生物科技有限公司 BIO-6 全自动游离二氧化硅前处理系统进行验证实验，验证结果如下所示。

一、温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间																
工位 1/ 温度 /℃	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.1	247	246.9	247.1	247.1	247.1	247.2	247.3	247.3	247.3	246.6	247	247.2	247	246.9	247.1
T_{0i}	249	248.4	248.8	248.8	248.8	248.8	248.8	248.8	248.8	248.8	248.6	249	248.6	248.8	248.8	248.8
T_d	247															
T_0	248.8															
ΔT_d	-1.8															
ΔT_f	0.6															
ΔT_s	0.2															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s															
工位 2/ 温度 /℃	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.3	247.4	246.7	246.6	247.5	247.1	246.7	247.5	247.4	246.5	246.8	246.9	247	247.6	247.5	247.3
T_{0i}	247.8	247.8	247.7	247.6	247.9	247.8	247.7	247.9	247.8	247.6	247.6	247.6	247.7	247.8	247.8	247.6
T_d	247															
T_0	247.7															
ΔT_d	-0.7															
ΔT_f	0.3															
ΔT_s	0.2															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s															
工位 3/ 温度 /℃	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15

T_{di}	246.9	247.1	246.8	247.2	246.8	246.8	247.3	246.9	247.1	246.9	247.1	246.8	247	247.2	247.2	247.1
T_{0i}	247.4	247.8	247.6	247.6	247.6	247.6	247.7	247.7	247.6	247.6	247.6	247.5	247.6	247.6	247.4	247.7
T_d	247															
T_0	247.6															
ΔT_d	-0.6															
ΔT_f	0.4															
ΔT_s	0.2															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s															
工位 4/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.3	246.7	247.1	247.1	247.1	247.1	247	247.3	246.9	247.1	247.1	246.9	247.1	246.9	247.1	246.8
T_{0i}	248.4	248.6	248.6	248.8	248.7	248.7	248.8	248.8	248.6	248.8	248.8	248.6	248.6	248.6	248.7	248.6
T_d	247															
T_0	248.7															
ΔT_d	-1.7															
ΔT_f	0.4															
ΔT_s	0.1															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s															
工位 5/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.1	247.1	247.1	247.1	247.1	246.9	247.2	246.9	246.9	246.9	247.1	247.2	247.1	247.2	247.2	246.8
T_{0i}	248	248	248.1	248.1	248	248.2	248.1	248.1	248	248	248	248	247.9	248.2	248.2	248
T_d	247															
T_0	248.1															
ΔT_d	-1.1															
ΔT_f	0.3															
ΔT_s	0.1															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s															
工位 6/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.1	247.1	246.9	246.8	247.1	246.9	247.2	246.9	247.1	247.1	247.1	247.2	247.1	247.2	247.2	246.8
T_{0i}	247.8	247.8	247.7	247.8	247.8	247.8	247.6	247.6	247.6	247.8	247.7	247.7	247.6	247.7	247.8	247.8
T_d	247															
T_0	247.7															
ΔT_d	-0.7															

ΔT_f	0.2										
ΔT_s	0.1										
$\Delta t/\text{min}$	4 min 23s										
二、pH 示值误差											
M		M_i					T		B		
6.6		6.7		6.5		6.6		6.837		-0.237	
三、游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度											
质量分数	工位/ n	m_1/g	m_2/g	$\Delta m_i/\text{g}$	m_0/g	$w/\%$	$Rec/\%$	$\Delta m_{\max}/\text{g}$	$\Delta m_{\min}/\text{g}$	C	$RSD/\%$
低值	1	38.86332	38.87121	0.00789	0.18121	3.9%	111.6	0.00789	0.0071	2.53	2.13
	2	38.4262	38.43363	0.00743	0.18315		104.0				
	3	40.50503	40.51213	0.00710	0.18194		100.1				
	4	38.94170	38.94895	0.00725	0.18213		102.1				
	5	40.58604	40.59315	0.00711	0.18215		99.6				
	6	38.50381	38.51097	0.00716	0.18307		100.8				
高值	1	39.21913	39.32421	0.10508	0.18071	59.2%	98.2	0.10669	0.10446	2.53	0.42
	2	39.00145	39.10814	0.10669	0.18323		98.4				
	3	39.36824	39.47270	0.10446	0.18013		98.0				
	4	39.29756	39.40395	0.10639	0.18212		98.7				
	5	39.07945	39.18636	0.10691	0.18298		98.7				
	6	39.44690	39.55166	0.10476	0.18086		97.8				

6.2 江苏科舜生物科技有限公司 BIO-3 验证实验

根据校准规范的要求,对江苏科舜生物科技有限公司 BIO-3 全自动游离二氧化硅前处理系统进行验证实验,验证结果如下所示。

一、温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间																
工位 1/ 温度 / $^{\circ}\text{C}$	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.3	246.9	247.2	247.1	247.2	247.2	247.2	246.8	247.1	247.3	246.8	247	247.2	246.9	246.9	247.1
T_{0i}	248.9	248.5	248.6	249	248.8	248.9	248.8	248.8	248.8	248.8	248.6	249	248.7	248.8	248.9	248.8
T_d	247															
T_0	248.8															
ΔT_d	-1.8															
ΔT_f	0.4															
ΔT_s	0.1															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 34s															
工位 2/	时间/min															

温度 /°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.1	247.5	246.7	246.6	247.6	246.8	246.7	247.3	247.4	246.5	247	246.8	247	247.6	247.3	247.3
T_{0i}	247.9	247.9	247.6	247.6	247.9	247.8	247.8	247.9	247.2	247.6	247.6	247.6	247.8	247.8	247.7	247.6
T_d	247															
T_0	247.7															
ΔT_d	-0.7															
ΔT_f	0.3															
ΔT_s	0.2															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 34s															
工位 3/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	246.9	247.2	246.8	247.2	246.8	246.7	247.3	246.9	247.1	247	247.1	246.9	247	247.2	247	247.2
T_{0i}	247.4	247.5	247.6	247.6	247.6	247.6	247.7	247.7	247.6	247.5	247.6	247.4	247.6	247.6	247.3	247.8
T_d	247															
T_0	247.6															
ΔT_d	-0.6															
ΔT_f	0.1															
ΔT_s	0.2															
$\Delta t/\text{min}$	4 min 34s															
二、游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度																
质量分数	工位/ n	m_1/g	m_2/g	$\Delta m_i/\text{g}$	m_0/g	$w/\%$	$Rec/\%$	$\Delta m_{\max}/\text{g}$	$\Delta m_{\min}/\text{g}$	C	$RSD/\%$					
低值	1	40.99442	41.00217	0.00775	0.18442	3.9%	107.8	0.00775	0.00707	1.69	5.48					
	2	38.52701	38.53422	0.00721	0.18435		100.3									
	3	38.44734	38.45441	0.00707	0.18271		99.2									
高值	1	35.24945	35.35284	0.10339	0.18171	59.2 %	96.1	0.10379	0.10327	1.69	0.30					
	2	37.10453	37.20780	0.10327	0.18245		95.6									
	3	38.65356	38.75735	0.10379	0.18443		95.1									

6.3 北京吉天仪器有限公司 FSI-12 验证实验

根据校准规范的要求，对北京吉天仪器有限公司 FSI-12 全自动游离二氧化硅前处理系统进行验证实验，验证结果如下所示。

一、温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间																
工位 1/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247.1	247.2	246.9	247	247	247	246.9	246.9	247	246.8	247	246.6	246.9	247	243.9	247

T_{0i}	244.5	245	245.3	245.8	246	246.3	246.5	247.2	246	246.7	247.2	246.1	246.3	246.3	246.5	246.2
T_d	247															
T_0	246.1															
ΔT_d	0.9															
ΔT_f	-0.5															
ΔT_s	-1.6															
$\Delta t/\text{min}$	9 min 23s															
工位 2/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	247	247.1	247.1	247	246.9	247	246.7	246.8	247	247	246.9	247	247	247.7	247.1	247
T_{0i}	244.5	245	245.3	245.8	246	246.3	246.5	247.2	246	246.7	247.2	246.1	246.3	246.3	246.5	246.2
T_d	247															
T_0	246.1															
ΔT_d	0.9															
ΔT_f	-0.5															
ΔT_s	-1.6															
$\Delta t/\text{min}$	9 min 23s															

二、游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度

质量分数	工位/ n	m_1/g	m_2/g	$\Delta m_i/\text{g}$	m_0/g	$w/\%$	$Rec/\%$	$\Delta m_{\max}/\text{g}$	$\Delta m_{\min}/\text{g}$	C	$RSD/\%$
低值	1	24.18145	24.18869	0.00724	0.18	3.9%	103.1	0.0075	0.00654	2.53	5.46
	2	24.89705	24.90459	0.00754			107.4				
	3	23.95693	23.96393	0.00700			99.7				
	4	24.90139	24.90796	0.00657			93.6				
	5	24.28382	24.29049	0.00667			95.0				
	6	23.85184	23.85851	0.00667			95.0				
高值	1	23.76714	23.8719	0.10476	0.18	59.2%	98.3	0.1071	0.10476	2.53	0.88
	2	24.94716	25.05205	0.10489			98.4				
	3	24.07474	24.18058	0.10584			99.3				
	4	24.64518	24.75066	0.10548			99.0				
	5	23.89592	24.00158	0.10566			99.2				
	6	26.8077	26.9148	0.1071			100.5				

6.4 厦门迪分德科技有限公司 DFS-08 验证实验

根据校准规范的要求，对厦门迪分德科技有限公司 DFS-08 全自动游离二氧化

化硅前处理系统进行验证实验，验证结果如下所示。

一、温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间																
工位 1/ 温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	13	14	15
T_{di}	245.4	245.3	245.2	245.3	245.4	245.2	245	245.1	245.2	245.4	245.5	245.8	245.5	246	246.4	246.8
T_{0i}	245.7	245	245.4	245.3	245.6	245.8	245.5	246	246.2	246.5	246.5	246.8	247.5	247.2	247.7	247
T_d	245															
T_0	246.2															
ΔT_d	-0.7															
ΔT_f	0.7															
ΔT_s	-0.5															
$\Delta t/\text{min}$	24 min 28s															
二、游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度																
质量分数	工位/ n	m_1/g	m_2/g	$\Delta m_i/\text{g}$	m_0/g	$w/\%$	$Rec/\%$	$\Delta m_{\max}/\text{g}$	$\Delta m_{\min}/\text{g}$	C	$RSD/\%$					
低值	1	40.90032	40.90630	0.00598	0.14969	3.9%	102.4	0.00644	0.00598	1.69	4.39					
	2	41.04013	41.04629	0.00616	0.14886		106.1									
	3	41.42053	41.42697	0.00644	0.14776		111.8									
高值	1	41.32904	41.40635	0.07731	0.14504	59.2 %	90.0	0.08494	0.07731	1.69	5.52					
	2	41.34197	41.42530	0.08333	0.14808		95.1									
	3	41.7413	41.82624	0.08494	0.14915		96.2									

七、实验结论

通过对江苏科舜生物科技有限公司 BIO-6 和 BIO-3、北京吉天仪器有限公司 FSI-12、厦门迪分德科技有限公司 DFS-08 等公司生产的 4 台不同型号全自动游离二氧化硅前处理系统进行验证和相关数据分析，验证了《全自动游离二氧化硅前处理系统校准规范》中相关校准项目和校准方法的可行性。实验结果表明，该规范能够对系统的温度示值误差、温度波动度、温度过冲量、升温时间、pH 示值误差、游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度等主要计量特性进行评价，为全自动游离二氧化硅前处理系统相关性能参数的量值溯源和校准结果准确可靠提供技术依据。