



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF xxxx—202x

全自动游离二氧化硅前处理系统校准规范

Calibration Specification for Fully Automatic Free Silica Pretreatment systems

(征求意见稿)

202x—xx—xx 发布

202x—xx—xx 实施

国家市场监督管理总局 发布

全自动游离二氧化硅前处理系 统校准规范

JJF xxxx—202x

Calibration Specification for Fully Automatic

Free Silica Pretreatment systems

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：江苏省计量科学研究院（江苏省能源计量数据中心）

中国计量科学研究院

参加起草单位：广东省职业病防治院

南京市职业病防治院

安徽省职业病防治院

江苏科舜生物科技有限公司

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国生物计量技术委员会

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
3.1 全自动游离二氧化硅前处理系统	(1)
3.2 游离二氧化硅	(1)
3.3 游离二氧化硅回收率	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(1)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 测量标准及其他设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 外观与功能检查	(3)
7.2 温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间	(3)
7.3 pH 示值误差	(4)
7.4 游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度	(4)
8 校准结果表达	(5)
8.1 校准结果处理	(5)
8.2 校准结果的测量不确定度	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准原始记录格式	(6)
附录 B 校准证书（内页）格式	(7)
附录 C 测量不确定度评定示例	(8)
附录 D 参考文献	(15)

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范的校准方法及计量特性等主要参考了GBZ/T 192.4—2007《工作场所空气中粉尘测定 第4部分：游离二氧化硅含量》、JJF 1547—2015《在线pH计校准规范》、JJF 2019—2022《液体恒温实验设备温度性能测试规范》。

本规范为首次发布。

全自动游离二氧化硅前处理系统校准规范

1 范围

本规范适用于系统的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GBZ/T 192.4—2007 工作场所空气中粉尘测定 第4部分：游离二氧化硅含量

JJF 1547—2015 在线pH计校准规范

JJF 2019—2022 液体恒温实验设备温度性能测试规范

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

JJF 2054-2023 和 CLSI EP06-A 中界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1 全自动游离二氧化硅前处理系统 fully automatic free silica pretreatment system

专用于焦磷酸法测定粉尘中游离二氧化硅含量，能自动完成游离二氧化硅前处理工序的系统。

3.2 游离二氧化硅 free SiO₂

岩石或矿物中没有与金属或金属化合物结合而呈游离状态的二氧化硅。

3.3 游离二氧化硅回收率 SiO₂ recovery

由全自动样品前处理系统处理后，收集到的样品占总样品的比例。

4 概述

全自动游离二氧化硅前处理系统（以下简称系统）是一种用于测定工作场所空气中粉尘游离二氧化硅含量的自动化前处理仪器。系统基于焦磷酸法，通过自动完成添加焦磷酸、加热搅拌、升温、消解、降温、注水、过滤、清洗等步骤，实现游离二氧化硅样品测定前的自动化处理。

系统通常主要由进样装置、消解装置、过滤系统、废液处理装置、自动清洗装置、以及数据处理与控制系统。

5 计量特性

系统各项计量特性指标见表 2。

表 2 系统的主要计量特性指标

计量特性	计量特性指标技术要求
	测量范围
温度示值误差	$\pm 1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$
温度波动度	$\leq 2.0\text{ }^{\circ}\text{C}$
温度过冲量	$\leq 2.0\text{ }^{\circ}\text{C}$
升温时间	$\leq 7\text{ min}$ （从室温升至 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）
pH 示值误差	在线 pH 计法： ± 0.5
游离二氧化硅回收率	质量分数 $\leq 10\%$ 时，游离二氧化硅回收率 $\geq 70\%$ ； 质量分数 $> 10\%$ 时，游离二氧化硅回收率 $> 80\%$
游离二氧化硅精密度	$\leq 5\%$
注：以上技术指标不用于合格判别，仅供参考。	

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $(5\sim 40)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

6.1.2 相对湿度： $\leq 90\%$ 。

注：上述条件与制造商的产品规定不一致时，以产品规定为准。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 温度测试仪

测量范围 $(0\sim 300)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差为 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2 电子秒表

分辨力 0.01 s ，测量间隔 1 d 的最大允许误差为 $\pm 0.5\text{ s}$ 。

6.2.3 电子天平

测量范围 $\geq 200\text{ g}$ ，分度值不大于 1 mg ，级。

6.2.4 pH 标准物质

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

6.2.5 游离二氧化硅标准物质

应选择游离二氧化硅有证标准物质， $U \leq 1.0\%$ （ $k=2$ ）。

6.2.6 马弗炉

控温范围 $(750\sim 1200)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，A 级。

6.2.7 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 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观与功能检查

系统应具有下列标识：名称、型号、出厂编号、制造厂名及制造日期，铭牌应清晰地贴在明显处。

系统外观结构应完好，系统及附件的所有零件应紧固无松动，不应有妨碍正常工作的机械损伤；通电后，各部件都能正常工作，各旋钮、按键应能正常调节，气路连接正确，密封完好无漏气、无漏水现象，显示单元应清晰完整。

全自动游离二氧化硅前处理系统应具有能自动完成加磷酸、制备焦磷酸、加热、搅拌、消解、稀释、酸洗、水洗、过滤、pH 检测等功能的系统。

7.2 温度示值误差、温度波动度、温度过冲量和升温时间

温度测试仪的温度传感器布防位置为烧杯底部，确保传感器检测点完全浸没在焦磷酸中，不能放入搅拌棒工作区，如图 1 所示。

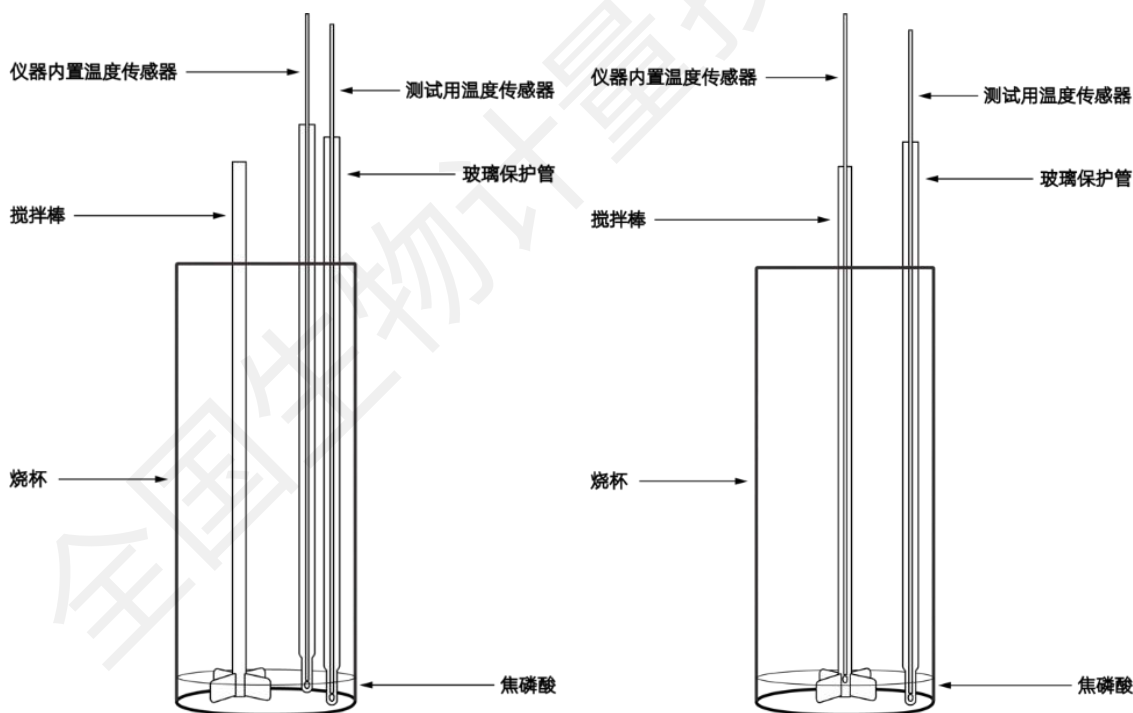


图 1 测量点位置示意图（两种温度传感器设计方式）

将系统控制温度设置到样品消解温度（245~250）℃，启动运行系统。待其达到设定温度并处于稳定状态后开始记录测量点温度。应每 1 min 测量一次，测量过程应包含一个及以上的完整温度变化周期，测量时间应在 15 min 以上。

按公式（1）计算系统的温度示值误差，按公式（2）计算系统的温度波动度，按公式（3）计算系统的温度过冲量，用电子秒表记录系统从室温开始升温达到 250℃的升温时间。

$$\Delta T_d = T_d - T_0 \quad (1)$$

$$\Delta T_f = T_{\max} - T_{\min} \quad (2)$$

$$\Delta T_s = T_{\max} - T_0 \quad (3)$$

式中：

ΔT_d ——温度示值误差，℃；

T_d ——系统温度设定值，℃；

T_0 ——温度测试仪测得的温度平均值，℃；

ΔT_f ——系统的温度波动度，℃；

$T_{\max}$ ——测量点在规定时间内测得的最高温度，℃；

$T_{\min}$ ——测量点在规定时间内测得的最低温度，℃；

ΔT_s ——温度过冲量，℃。

7.3 pH 示值误差

对pH标准物质连续测定3次，按公式（4）计算pH示值误差。

$$B = M - T \quad (4)$$

式中：

B ——pH示值误差，无量纲；

M ——标准物质3次测量结果的平均值，无量纲；

T ——标准物质标准值，无量纲。

7.4 游离二氧化硅回收率和游离二氧化硅精密度

当系统的工位不超过 10 个时，选择 3 个相对均匀分布的工位进行测量，当系统的工位超过 10 个时，选择 6 个相对均匀分布的工位进行测量，每个测量工位的烧杯中称取 0.18 g 游离二氧化硅标准物质，并加入 15 mL 焦磷酸，启动系统运行样品制备程序。程序运行结束后，将有沉渣的滤纸折叠数次放入坩埚中，放入马弗炉中在（800~900）℃灰化 30 min；取出，室温稍冷后，放入干燥器中冷却 1 h，用电子天平分别称量测量前后坩埚的质量来计算灰化后样品质量，按公式（5）计算每个工位的游离二氧化硅回收率，按公式（6）计算相对标准偏差作为游离二氧化硅精密度的表征。

$$Rec = \frac{m_2 - m_1}{m_0 \times w} \times 100\% \quad (5)$$

$$RSD = \frac{n \times (\Delta m_{\max} - \Delta m_{\min})}{C \times \sum_{i=1}^n \Delta m_i} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

Rec ——游离二氧化硅回收率，%；

m_1 ——测量前称量坩埚的质量，g；

m_2 ——测量后称量坩埚的质量，g；

m_0 ——测量前称量游离二氧化硅标准物质的质量，g；

w ——游离二氧化硅标准物质的质量分数。

RSD ——相对标准偏差，%；

$\Delta m_{\max}$ ——回收样品质量的最大值，g；

$\Delta m_{\min}$ ——回收样品质量的最小值，g；

Δm_i ——第*i*个工位回收样品质量，g；

C ——极差系数，测量3次时为1.69，测量6次时为2.53；

n ——测量工位数。

8 校准结果表达

8.1 校准结果处理

经校准后的系统应核发校准证书，校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求，并给出各校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。校准原始记录格式（推荐性表格）见附录 A，校准证书内页格式（推荐性表格）见附录 B。

8.2 校准结果的测量不确定度

系统校准结果的测量不确定度按 JJF 1059.1—2012 的要求评定，校准结果测量不确定度评定示例见附录 C。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由系统的使用情况、使用者、系统本身质量等诸因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，复校时间间隔建议不超过1年。

附录 A

校准原始记录格式

(推荐性表格)

系统		型号规格	
制造厂商		出厂编号	
委托单位		地址	
温度		湿度	
大气压		校准日期	
校准员		核验员	

一、温度示值误差、温度波动度和温度过冲量和升温时间

温度 /°C	时间/min															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
T_{0i}																
T_0																
T_d	247															
ΔT_d																
ΔT_f																
ΔT_s																
$\Delta t/\text{min}$																

二、pH 示值误差

M	M_i			T	B

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	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										
	2										
	3										
	4										
	5										
	6										
高值 (%)	1										
	2										
	3										
	4										
	5										
	6										

附录 B

校准证书（内页）格式

（推荐性表格）

校准项目	校准结果	
温度示值误差		
	扩展不确定度($k=2$)	
温度波动度		
温度过冲量		
升温时间		
pH示值误差		
	扩展不确定度($k=2$)	
游离二氧化硅 回收率		
	扩展不确定度($k=2$)	
样品精密度		

校准员：_____ 核验员：_____

附录 C

测量不确定度评定示例

C.1 温度示值误差测量不确定度评定

C.1.1 测量方法

温度测试仪的温度传感器布防位置为烧杯底部，确保传感器检测点完全浸没在焦磷酸中，不能放入搅拌棒工作区。将系统控制温度设置到样品消解温度（245~250）℃，启动运行系统。待其达到设定温度并处于稳定状态后开始记录测量点温度。应每 1 min 测量一次，测量过程应包含一个及以上的完整温度变化周期，测量时间应在 15 min 以上。按公式（C.1）计算系统的温度示值误差。

C.1.2 测量模型

$$\Delta T_d = T_d - T_0 \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔT_d ——温度示值误差，℃；

T_d ——系统温度设定值，℃；

T_0 ——温度测试仪测得的温度平均值，℃；

C.1.3 合成标准不确定度计算公式

依据不确定度传播律，当各不确定度间不相关时， $u_c^2 = \sum_{i=1}^N c^2(T_i)u^2(T_i)$ ，输入量 T_d 为设定值时不引入不确定度，则

$$u_c = \sqrt{c^2(T_0)u^2(T_0)} \quad (\text{C.2})$$

由公式（C.2）得

$$c(T_0) = \frac{\partial \Delta T_d}{\partial T_0} = -1$$

C.1.4 不确定度来源

不确定度来源包括：

- a) 测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(T_0)$ ；
- b) 分辨力引入的标准不确定度 $u_2(T_0)$ ；
- c) 温度测试仪引入的不确定度 $u_3(T_0)$ 。

C.1.5 标准不确定度分量评定

C.1.5.1 测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(T_0)$

选定一台系统，使用温度测试仪对温度连续测量 10 次，测量结果见表 C.1。

表 C.1 温度测量结果

测量项目	测量值 (T_{0i})									
温度 (°C)	247.2	246.6	247.9	247.6	248.1	247.5	246.8	247.3	247.8	248.5

则单次测量结果的标准差 $s(\bar{T}_0)$ ：

$$s(\bar{T}_0) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\bar{T}_{0i} - \bar{T}_0)^2 / (n-1)} \approx 0.581 \text{ } ^\circ\text{C}$$

实际校准时在重复性条件下连续测量 16 次，以 16 次测量的算术平均值作为结果，则由测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_1(T_0) = s(x_i) / \sqrt{n} = 0.209 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{16} \approx 0.145 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C.1.5.2 分辨力引入的标准不确定度 $u_2(T_0)$

温度测试仪的最小分辨力为 0.1 °C，区间半宽 $a=0.05 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，按均匀分布，包含因子 $k=\sqrt{3}$ ，由此引入的标准不确定度 $u_2(T_0)$ 为：

$$u_2 = 0.05^\circ\text{C} / \sqrt{3} \approx 0.029 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C.1.5.3 温度测试仪引入的标准不确定度 $u_3(T_0)$

温度测试仪的最大允许误差为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ，假设其服从均匀分布，包含因子 $k=\sqrt{3}$ ，则由温度测试仪引入的标准不确定度 $u_3(T_0)$ 为：

$$u_3(T_0) = \frac{0.1^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.058^\circ\text{C}$$

C.1.6 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 C.2。

表 C.2 温度示值误差测量结果标准不确定度一览表

被测量	不确定度来源	标准不确定度	灵敏系数	输出量的标准不确定度
温度示值误差	$u_1(T_0)$	0.145 °C	-1	0.145 °C
	$u_2(T_0)$	0.029 °C	-1	0.029 °C
	$u_3(T_0)$	0.058 °C	-1	0.058 °C

C.1.7 合成标准不确定度

由于各不确定度间互不相关，合成标准不确定度 u_c 为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2(T_0) + u_2^2(T_0) + u_3^2(T_0)} \approx 0.159 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C.1.8 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度 U 为：

$$U = k \times u_c = 0.4 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C.2 pH 示值误差测量不确定度评定

C.2.1 测量方法

对标准物质连续测定 3 次，按公式 (C.3) 计算绝对示值误差。

C.2.2 测量模型

$$B = M - T \quad (\text{C.3})$$

式中：

B ——绝对示值误差；

M ——标准物质 3 次测量结果的平均值；

T ——标准物质标准值。

C.2.3 合成标准不确定度计算公式

依据不确定度传播律，当各不确定度间不相关时， $u_c^2 = \sum_{i=1}^N c^2(x_i)u^2(x_i)$ ，则

$$u_c = \sqrt{c_M^2 u_M^2 + c_T^2 u_T^2} \quad (\text{C.4})$$

由公式 (C.3) 得

$$c(M) = \frac{\partial B}{\partial M} = 1, \quad c(T) = \frac{\partial B}{\partial T} = -1$$

C.2.4 不确定度来源

不确定度来源包括：

a) 输入量 M 引入的标准不确定度 $u(M)$ ，包括测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(M)$ 和分辨力引入的标准不确定度 $u_2(M)$ ；

b) 输入量 T 引入的标准不确定度 $u(T)$ ，包括标准物质引入的标准不确定度 $u_1(T)$ 、液接界电势随 pH 变化引入的标准不确定度 $u_2(T)$ 和温度偏差引入的标准不确定度 $u_3(T)$ 。

C.2.5 不确定度分量评定

C.2.5.1 输入量 M 引入的标准不确定度 $u(M)$

C.2.5.1.1 测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(M)$

选定一台系统，使用 pH 标准缓冲溶液 GBW (E) 130075 对 pH 连续测量 10 次，测量结果见表 C.3。

表 C.3 pH 测量结果

测量项目	测量值 (M_i)
------	---------------

pH	6.9	6.8	6.9	6.9	6.8	6.9	6.8	6.9	6.9	6.8
----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

则单次测量结果的标准差 $s(M)$:

$$s(M) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(M_i - M)^2}{10-1}} \approx 0.052$$

实际测试时在重复性条件下连续测量 3 次, 以 3 次测量的算术平均值作为结果, 则由测量重复性引入的标准不确定度为:

$$u_1(M) = s(M)/\sqrt{3} = 0.00958/\sqrt{3} \approx 0.030$$

C.2.5.1.2 分辨力引入的标准不确定度 $u_2(M)$

系统 pH 参数的最小分辨力均为 0.1, 区间半宽 $a=0.05$, 按均匀分布处理, 取包含因子 $k=\sqrt{3}$, 由此引入的标准不确定度为:

$$u_2(M) = \frac{0.05}{\sqrt{3}} \approx 0.029$$

C.2.5.2 输入量 T 引入的标准不确定度 $u(T)$

C.2.5.2.1 标准物质不确定度引入的标准不确定度 $u_1(T)$

本次评定使用 pH 标准缓冲溶液 GBW (E) 130074, $U=0.01$ ($k=2$), 其引入的标准不确定度为:

$$u_1(T) = \frac{0.01}{2} = 0.005$$

C.2.5.2.2 液接界电势随 pH 的变化引入的标准不确定度 $u_2(T)$

$u_2(T)$ 与 pH 计电极的液接界电势正相关, 液接界电势最大变化为 ± 0.01 , 按均匀分布处理, 取包含因子 $k=\sqrt{3}$, 由此引起的标准不确定度为:

$$u_2(T) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} \approx 0.006$$

C.2.5.2.3 温度偏差引入的标准不确定度 $u_3(T)$

pH 标准缓冲液 (混合碳酸盐) 随温度变化的温度系数 $\beta=0.01$ / $^{\circ}\text{C}$, 系统的温度最大允许误差为 ± 1.0 $^{\circ}\text{C}$, 按均匀分布处理, 取包含因子 $k=\sqrt{3}$, 则:

$$u_3(T) = \frac{1.0 \times 0.1}{\sqrt{3}} \approx 0.058$$

C.2.6 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 C.4。

表 C.4 系统 pH 测量结果标准不确定度一览表

被测量	不确定度来源	标准不确定度	灵敏系数	输出量的标准不确定度
-----	--------	--------	------	------------

pH	输入量 M	$u_1(M)$	0.030	1	0.030
		$u_2(M)$	0.029		0.029
	输入量 T	$u_1(T)$	0.005	-1	0.005
		$u_2(T)$	0.006		0.006
		$u_3(T)$	0.058		0.058

C.2.7 合成标准不确定度

由于各不确定度间互不相关，则由公式（C.4）可得合成标准不确定度 u_c 为：

$$u_c = \sqrt{u_{M_1}^2 + u_{M_2}^2 + u_{T_1}^2 + u_{T_2}^2 + u_{T_3}^2} = 0.072$$

C.2.8 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度 U 为：

$$U = k \times u_c = 0.2$$

C.3 游离二氧化硅回收率测量不确定度评定

C.3.1 测量方法

选择 1 个工位进行测量，向测量工位的烧杯中称取 0.18 g 游离二氧化硅标准物质，并加入 15 mL 焦磷酸，启动系统运行样品制备程序。程序运行结束后，将有沉渣的滤纸折叠数次放入坩埚中，放入马弗炉中在（800~900）℃灰化 30 min；取出，室温稍冷后，放入干燥器中冷却 1 h，用电子天平分别称量测量前后坩埚的质量来计算灰化后样品质量，按公式（C.5）计算每个工位的游离二氧化硅回收率。

C.3.2 测量模型

$$Rec = \frac{m_2 - m_1}{m_0 \times w} \times 100\% \quad (C.5)$$

式中：

Rec ——回收率，%；

m_1 ——测量前称量坩埚的质量，g；

m_2 ——测量后称量坩埚的质量，g；

m_0 ——测量前称量游离二氧化硅标准物质的质量，g；

w ——游离二氧化硅标准物质的质量分数。

C.3.3 合成标准不确定度计算公式

依据不确定度传播律，当各不确定度间不相关时， $u_c^2 = \sum_{i=1}^N c^2(m_i)u^2(m_i)$ ，则

$$u_c = \sqrt{c^2(m_1)u^2(m_1) + c^2(m_2)u^2(m_2) + c^2(m_0)u^2(m_0) + c^2(w)u^2(w)} \quad (C.6)$$

由公式（C.5）得：

$$c(m_1) = \frac{\partial Rec}{\partial m_1} = -\frac{1}{m_0 \times w}$$

$$c(m_2) = \frac{\partial Rec}{\partial m_2} = \frac{1}{m_0 \times w}$$

$$c(m_0) = \frac{\partial Rec}{\partial m_0} = -\frac{m_2 - m_1}{m_0^2 \times w}$$

$$c(w) = \frac{\partial Rec}{\partial w} = -\frac{m_2 - m_1}{m_0 \times w^2}$$

C.3.4 不确定度来源

不确定度来源包括：

- a) 输入量 m_1 、 m_2 和 m_0 引入的标准不确定度 $u(m_1)$ 、 $u(m_2)$ 和 $u(m_0)$ ；
- b) 输入量 w 引入的标准不确定度 $u(w)$ 。

C.3.5 标准不确定度分量计算

C.3.5.1 输入量 m_1 、 m_2 和 m_0 引入的标准不确定度 $u(m_1)$ 、 $u(m_2)$ 和 $u(m_0)$

选定一台系统，使用游离二氧化硅标准物质测量测量 1 个工位的游离二氧化硅回收率，测量结果见表 C.5。

表 C.5 游离二氧化硅回收率测量结果

质量分数	工位	m_1/g	m_2/g	$\Delta m_i/g$	m_0/g	$w/\%$	$Rec/\%$
低值	1	31.6129	31.6186	0.0057	0.1811	3.90	81.2
高值	1	31.3203	31.4142	0.0939	0.1823	59.2	87.0

根据电子天平的检定证书，在称量值为 $0 g \leq m \leq 50 g$ 时，电子天平的最大允许误差为 $\pm 0.0005 g$ ，电子天平的重复性为 $0.0001 g$ ，电子天平的分度值为 $0.0001 g$ ，最大允许误差和分度值按均匀分布处理，包含因子 $k=\sqrt{3}$ ，由此引入的标准不确定度为

$$u(m_1) = u(m_2) = u(m_0) = \sqrt{\left(\frac{0.0005}{\sqrt{3}}\right)^2 + 0.0001^2 + \left(\frac{0.0001}{\sqrt{3}}\right)^2} g = 0.000307 g$$

C.3.5.2 输入量 w 引入的标准不确定度 $u(w)$

本次评定所用GBW(E)091021和GBW(E)091022煤矿粉尘中游离二氧化硅标准物质的扩展不确定度 U_{RM} 分别为0.33%和0.8%，包含因子 $k=2$ ，则

$$u(w_s) = \frac{m_0 \times U_{RM}}{2} \quad (C.7)$$

按照公式 (C.7) 计算输入量 w 引入的标准不确定度 $u(w)$ ，计算结果如表 C.6 所示。

表 C.6 $u(w)$ 计算结果

质量分数	标准值 (w)	$u(w)$
低值	3.90%	0.000299 g
高值	59.2%	0.000729 g

C.3.5.3 灵敏系数的计算

将表C.5中数据代入灵敏系数计算公式，计算结果如表C.7所示：

表 C.7 灵敏系数计算结果

质量分数	$c(m_1)$	$c(m_2)$	$c(m_0)$	$c(w)$
低值	-141.5849 g^{-1}	141.5849 g^{-1}	-4.4563 g^{-1}	-20.6932 g^{-1}
高值	-9.2660 g^{-1}	9.2660 g^{-1}	-4.7228 g^{-1}	-1.4697 g^{-1}

C.3.6 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 C.8。

表 C.8 游离二氧化硅回收率测量结果标准不确定度一览表

质量分数	不确定度来源		标准不确定度	灵敏系数	输出量的标准不确定度
低值	输入量 m_1	$u(m_1)$	0.000307 g	-141.5849 g^{-1}	0.04347
	输入量 m_2	$u(m_2)$	0.000307 g	141.5849 g^{-1}	0.043467
	输入量 m_0	$u(m_0)$	0.000307 g	-4.4563 g^{-1}	0.00137
	输入量 w	$u(w)$	0.000299 g	-20.6932 g^{-1}	0.00619
高值	输入量 m_1	$u(m_1)$	0.000307 g	-9.2660 g^{-1}	0.00284
	输入量 m_2	$u(m_2)$	0.000307 g	9.2660 g^{-1}	0.002845
	输入量 m_0	$u(m_0)$	0.000307 g	-4.7228 g^{-1}	0.00145
	输入量 w	$u(w)$	0.000729 g	-1.4697 g^{-1}	0.00107

C.3.7 合成标准不确定度 u_c

由于各不确定度间互不相关，合成标准不确定度 u_c 按公式（C.8）计算：

$$u_c = \sqrt{c^2(m_1)u^2(m_1) + c^2(m_2)u^2(m_2) + c^2(m_0)u^2(m_0) + c^2(w)u^2(w)} \quad (\text{C.8})$$

由公式（C.8）计算合成标准不确定度 u_c 结果如表 C.9 所示。

表 C.9 合成标准不确定度 u_c 计算结果

质量分数	游离二氧化硅回收率	u_c
低值	81.2	6.18%
高值	87.0	0.44%

C.3.8 扩展不确定度 U

取 $k=2$ ，则

$$U = ku_c \quad (\text{C.9})$$

根据公式（C.9）计算结果如表 C.10 所示。

表 C.10 扩展不确定度 U 计算结果

质量分数	游离二氧化硅回收率	$U (k=2)$
低值	81.2	13%
高值	87.0	0.9%

附录 D

参考文献

- [1] 樊晶光,刘铁民,耿凤,等.二氧化硅累积接触与尘肺发病的剂量-反应关系分析[J].中国工业医学杂志,2000,(02):90-92.
- [2] 曹轶男,任克京,韩喜庆.焦磷酸法测定粉尘中游离二氧化硅的几点建议[J].现代职业安全,2018,(05):96-97.
- [3] 范岩钟,吴玉萍.全自动前处理工作站测定粉尘中游离二氧化硅含量[J].海峡预防医学杂志,2024,30(01):54-56.
-