

香辛料中铅的测定能力验证 技术报告

NJSY-PT-202103

The Final Report of Proficiency Testing Program of
Plumbum in spice

南京市食品药品监督检验院

二〇二二年五月

实施机构：南京市食品药品监督检验院

项目负责人：刘新梅

协调人：孙小杰

联系地址：南京市江宁区文芳路 199 号

邮编：211198

E-mail : 55223141@qq.com

电话：025-89636183

专家组名单：（专家单位均为南京市食品药品监督检验院）

统计专家：冯敬敬、洪俊晨

技术专家：冯敬敬、宋玉函、洪俊晨、杨阳、徐羽翀、胡烨、张雪青

报告起草：冯敬敬

报告审核：



报告签发：



职务：



签发日期：2022.5.30

目 录

1 前 言.....	1
2 计划概述.....	1
2.1 检测项目简介.....	1
2.2 参加实验室概述.....	1
2.3 方案设计及实施.....	2
2.4 保密要求.....	5
3 统计设计.....	6
3.1 统计方法及统计量.....	6
3.2 结果评价方法.....	6
3.3 指定值的不确定度及溯源性.....	6
4 统计处理及能力评价.....	7
4.1 检测结果分布.....	7
4.2 结果的统计分析.....	7
4.3 实验室补测结果统计分析.....	8
5 技术分析及建议.....	9
6 总结.....	11
7 参考文献.....	12
附录 A 样品均匀性、稳定性检查数据记录.....	13
附录 B 能力验证参加单位报送结果及评价.....	18
附录 C 作业指导书.....	24
附录 D 能力验证样品接收状态确认表.....	27
附录 E 能力验证样品测试结果报告单.....	28

1 前言

本报告是对香辛料中铅含量测定能力验证计划的总结，该计划由江苏省市场监督管理局委托，由南京市食品药品监督检验院负责具体实施。

香辛料是我国居民日常饮食中的常见调味料，其生长过程中易受环境中重金属污染，其中铅是最为典型的一种，食用铅污染的香辛料会危及人体健康与安全。本次能力验证计划项目有利于加强食品安全、提高该项目的检测能力，其目的是了解江苏省检验检测机构在该检测领域的整体水平，识别实验室间差异，加强重点领域的实验室能力建设，督促其保持和提高香辛料中铅的检测能力。

本能力验证计划依据 GB/T27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》、CNAS-CL03: 2010《能力验证提供者认可准则》(ISO/IEC 17043:2010)等相关标准和江苏省市场监督管理局有关能力验证工作的要求进行运作实施。由南京市食品药品监督检验院(以下简称南京食药检院)随机选取经验证均匀的样品进行分发，收集并汇总各实验室的测试结果进行统计分析，对参加实验室的测试能力进行评价。评价结果是各实验室在该项目检测能力的客观反映，有助于识别实验室管理和技术能力可能存在的问题和风险。该项目的实施可以对实验室进行质量控制，提高实验室的检测能力，从而为食品安全监管提供技术支撑和保障。

2 计划概述

2.1 检测项目简介

香辛料在我国川菜和湘菜等菜系中使用广泛，香辛料及其相关产品，是各级食品安全监督抽检工作中常见的抽检品种，香辛料中的铅属于食品安全抽检中的高风险项目，GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》标准中，明确规定香辛料中铅的限量为 3.0 mg/kg。因此，有必要加强香辛料中铅检测质量的评价和推进检验检测能力提升，开展该项能力验证具有十分重要的意义。

本次能力验证计划项目为：香辛料中铅的测定能力验证项目。

样品测试项目为：铅。

2.2 参加实验室概述

本次能力验证计划共有 182 家实验室报名参加，其中有 12 家实验室最终未

参加样品测试（8 家机构因疫情原因不能正常寄送样品，1 家机构因抗疫工作需要不能参加样品测试，1 家机构因实验室搬迁不能参加样品测试，2 家机构因其他原因不能参加样品测试）。成功发出样品 174 共份，因不参加返回 4 份，回收结果 170 份。参加单位分布于江苏省各市，其中省级检验机构 6 家，地市、区、县级检验机构 136 家，第三方检测企业 28 家，具体分布情况如表 1 所示。在参加的实验室中以地市、区、县级检验机构实验室为主，占比 80.0%；其次是第三方检测企业占比 16.5%；省级检验机构占比 3.5%。

表 1 参加实验室分布情况

序号	省、直辖市	省级检验机构	市、区、县级检验机构	第三方	合计
1	江苏省	6	136	28	170

2.3 方案设计及实施

本次能力验证计划的方案设计与实施遵循 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》、CNAS-CL03: 2010《能力验证提供者认可准则》(ISO/IEC 17043:2010)、CNAS-GL003: 2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》、CNAS-GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》等相关要求。

2.3.1 样品设计

本次能力验证计划样品由南京食药检院制备和提供，项目共设计了 A、B、C、D 四个浓度组样品，样品来源为天然香辛料样品，样品基质完全相同，四组样品中铅含量均不同，范围为 0.10~2.0 mg/kg。其中样品 A 和样品 B 作为考核样品，样品 C 和样品 D 作为干扰样品。每个样品编号均由随机数字生成，样品编号“XXL-YYYY”(Y 为 0 至 9 的数字)，具有唯一性，样品组别仅可通过样品分配表判断，实验室无法从样品编号获得样品组别信息。在发放样品时，随机将 170 家参试实验室分成两组，每组发放两份样品，即一组发放 A+C 样或 A+D 样，另一组发放 B+C 样或 B+D 样。

2.3.2 样品制备、包装、标识和发放

本次能力验证样品采用批量购买选定的香辛料样品，香辛料置于烘箱内 80℃ 烘 24 小时（便于研磨），取出用刀式研磨仪研磨至粉末状，最后样品过 80 目筛。

过筛后的样品置于三维混匀仪混匀，然后封装于高密度聚乙烯（HDPE）瓶中，制成能力验证样品，每瓶样品约 10g。对这些样品加贴标签，注明样品编号。所制成的考核样品，由南京食药检院依据 CNAS-GL003：2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》进行样品的均匀性、稳定性检验，评价结果均符合要求。样品在发放前置于常温下避光保存，通过特快专递方式分发给各参加实验室。同时附有作业指导书等文件。

2.3.3 计划日程

2021 年 6 月 25 日前	制定工作计划，设计方案；
2021 年 6 月 30 日前	制备样品；
2021 年 7 月 30 日前	组织报名，向参加实验室发出通知；
2021 年 8 月 15 日前	向参加实验室发出样品和有关资料；
2021 年 8 月 25 日前	收到全部实验室反馈结果；
2021 年 9 月 30 日前	完成能力验证第一次测定结果的汇总、统计分析、样品补测（如有必要）等工作；
2021 年 11 月 5 日前	完成本次能力验证结果的收集、统计、判定，通知本次能力验证的结果。
2021 年 11 月 30 日前	完成能力验证计划最终报告。

备注：受“新冠疫情”影响，本次能力验证样品发样时间推迟至 2021 年 8 月 25 日，补测样品发样时间推迟至 2021 年 9 月 15 日。

2.3.4 样品均匀性和稳定性检验

能力验证测试方法采用 GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》的方法测定香辛料中铅元素，南京食药检院具备该方法的检验资质，可以开展均匀性和稳定性检验。

样品发放前：从分装到最小包装的 A 组样品和 B 组样品中，分别随机抽取 20 个样品用于均匀性检验，每个样品重复测定 3 次。分别对 A 组样品和 B 组样品中处理得到的 60 份待测样测试结果进行单因素方差分析（F 检验法），测定结果和分析结果如附录表 A-1-1 和 A-1-2 所示。从统计数据来看，香辛料中铅含量的测定结果，在 95%置信度下，计算 A 组样品和 B 组样品均匀性的 F 值均小于查表值 $F_{0.05}$ ，说明 A 组样品和 B 组样品的样品间均无显著性差异，样品的均一

性良好。各参加实验室检测数据回收后，采用 $S_s \leq 0.3\sigma$ 原则对样品的均匀性进行验证，进一步确认该能力验证 A 组样品和 B 组样品都是均匀的，样品不均匀性标准偏差不影响实验室能力评价。

在均匀性检验同时，开始进行稳定性检验，稳定性检验包括短期（运输）稳定性和长期稳定性，检测人员、检测方法、检测条件、检测仪器等与均匀性测定相同。测定结果和分析结果如附录表 A-2-1、A-2-2、A-3-1、A-3-2。

样品发放前：对样品进行短期稳定性考察，选择此次能力验证参与的单位中最南（宜兴）和最北（连云港）两家进行样品的寄送（每家各随机抽取 3 瓶样品 A 和 3 瓶样品 B），样品送达后拒签返回至实验室，进行样品运输稳定性的测试。待测样品每瓶重复测定三次，每次都单独取样，采用 t 检验法与均匀性检验数据比较，即样品稳定性测量数据与均匀性均值之间进行 t 检验。附录表 A-2-1 和 A-2-2 结果显示，在 95%置信度下，运输至连云港和宜兴返回后的样品 A 和样品 B，其计算 t 值均小于查表的 $t_{0.05}$ 检验临界值，说明短期常温运输不影响香辛料样品中铅含量的待测量值。各参加实验室检测数据回收后：对样品 A 和样品 B 分别采用 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则进行运输稳定性的验证，结果均满足 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ ，进一步验证了样品 A 和样品 B 的运输稳定性。

长期稳定性检验是考察样品在整个能力验证计划实施过程（发样前至补测结果回收后）的稳定性，总跨度为 92 天，测定时间间隔按先密后疏的原则设计，分别在第 1 天、4 天、10 天、20 天、30 天、47 天（样品 B 在第 46 天抽样）和 92 天，采用随机抽样法每次从样品 A 和样品 B 中分别抽取 3 瓶样品进行长期稳定性检验，每个样品重复测定 2 次，每次都单独取样。附录表 A-3-1 和 A-3-2 结果显示，样品 A 和样品 B 各阶段的测量结果与均匀性检验的结果进行比较，用 t 值检验法评定样品的稳定性，计算样品 A 和样品 B 每个时间点的 t 值均小于查表值 $t_{0.05}$ 检验临界值，表明在 92 天内常温储存条件下样品 A 和样品 B 都是稳定的。同时，在各参加实验室检测数据回收后，分别采用 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则对样品 A 和样品 B 进行样品长期稳定性验证，结果均满足 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ ，进一步验证样品 A 和样品 B 在整个能力验证过程中都是稳定的。

综上，对样品 A 和样品 B 进行短期和长期稳定性检验的结果，说明在 2-4 天内常温运输条件下，样品 A 和样品 B 香辛料中铅含量稳定，因此可以选择常

温寄送样品；样品 A 和样品 B 在封装后 92 天内保持稳定，即样品在测试环节结束前都是稳定的，可以保证能力验证计划的有效进行。

2.3.5 样品测试和要求：

本次能力验证计划样品测试方法为GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法或第二法。各机构根据实际情况选择标准中相应方法开展检验。要求各实验室按照日常检测程序开展测试，取样量等应满足标准要求。

注：石墨炉原子吸收光谱仪是食品检验机构常规设备，电感耦合等离子体质谱仪也日渐普及，故各机构日常检验中基本是使用 GB 5009.12-2017 第一法或第二法；由于 GB 5009.12-2017 第三法（火焰原子吸收光谱法）或第四法（二硫脲比色法）定量限较高，精密度及准确度较差，不适用于绝大多数食品样品中铅含量测定，因此，只具备 GB 5009.12-2017 第三法或第四法 CMA 资质的食品检测机构，在全省食品领域检测机构中不具备代表性。因此，从监管的角度及本次能力验证计划的主要目的考虑，将测定方法限制为 GB 5009.12-2017 第一法或第二法。

本次能力验证项目向每个实验室提供2份样品，每份样品均需反馈测试结果。在向参加者发送测试样品的同时，附有作业指导书、结果报告单、被测物品接收状态确认表等。要求参加者在收到样品后及时确认样品状态，并于收样后5个工作日内（不含当日）反馈测试结果。

2.3.6 实验室补测

根据相关规定及计划方案安排，第一次检测结果不满意（或离群）或有问题（或可疑）的实验室可进行一次补测。补测结果不影响第一次总体统计量，但根据第一次检测总体统计量评价补测结果。补测样品为第一次测试采用的同批样品。本次能力验证计划中，共有 24 家实验室参加补测，其中 23 家在规定日期内报告了补测结果，164 号实验室因实验室搬迁未参加补测。

2.4 保密要求

本次计划对正式报名的每个参加实验室赋予数字 1-182 内的随机唯一性代码，在能力验证计划实施及报告等资料中，均以该代码代表相应实验室。提供给各参加实验室的样品也对应唯一的样品编码（“XXL-YYYY”（Y 为 0 至 9 的数字））。

为确保能力验证工作的公证性，从样品制备开始，实施单位对参加本次能力验证活动策划、样品管理、均匀性及稳定性验证、样品分发、数据回收、统计

计算的相关人员提出了保密性要求，不得向第三方泄露。

3 统计设计

本次能力验证结果统计依据 ISO 13528: 2015《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》等标准规范中的相关要求，对考核样的检测结果进行统计评价。

3.1 统计方法及统计量

从本次能力验证各参加者反馈的结果来看，数据总体服从单峰，近似对称分布。本次能力验证结果的统计分析采用稳健（Robust）统计技术处理，即采用稳健统计的中位值作为指定值，标准化四分位距（NIRQ）为能力评定标准差，计算各实验室的 Z 比分数（Z 值）。

本次能力验证涉及的统计量有：结果总数 N ，中位值（及其不确定度）、标准化四分位距（NIQR）、稳健的变异系数（CV）、最小值、最大值等。

3.2 结果评价方法

本次能力验证计划参加者检测结果的 Z 值（考核样品），按式（1）计算：

$$Z=(x-X)/\sigma \quad (1)$$

式中： x - 实验室检测结果；

X - 指定值；

σ - 能力评定标准差。

本计划按以下准则评价参加者的结果，即：

当 $|Z| \leq 2.0$ 时，检测结果为满意；

当 $2.0 < |Z| < 3.0$ 时，检测结果为有问题（可疑）；

当 $|Z| \geq 3.0$ 时，检测结果为不满意（离群）。

3.3 指定值的不确定度及溯源性

指定值 X 的标准不确定度计算公式为： $u_{x_{pt}} = 1.25 \times S^* / \sqrt{p}$ ，式中： S^* —能力评定标准差， p —参加实验室的数量。按置信水平 95%，包含因子 $k=2$ ，计算扩展不确定度。

指定值的计量溯源性：

本次能力验证参加者均为江苏省内通过食品领域相应 CMA 资质认定的检验

检测机构，本院向各实验室提供了样品测试作业指导书等文件，说明了样品信息及检测要求。各实验室使用满足要求的设备和国家标准方法（GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法或第二法）进行样品检测，并在检测过程中使用有证标准物质（或标准样品溶液）绘制工作曲线，保证了样品测试结果的量值溯源性。同时也保证了指定值的量值溯源性。

4 统计处理及能力评价

4.1 检测结果分布

从第一次回收的检测结果分布看（附表 B-1 和 B-2），可采用稳健统计方法。

4.2 结果的统计分析

根据统计分析设计原则，此次能力验证计划采用稳健统计的中位值和标准化四分位距分别作为结果的指定值和能力评定标准差。A 组样品和 B 组样品的初测结果分别见附录表 B-1, B-2，其产生的统计量见表 2。以第一次回收数据作为样本进行统计分析，得到 A 组样品的指定值为 0.822 mg/kg，能力评定标准差 σ_A 为 0.1353 mg/kg，稳健变异系数为 16.46%；B 组样品的指定值为 0.477 mg/kg，能力评定标准差 σ_B 为 0.0393 mg/kg，稳健变异系数为 8.239%。

稳健变异系数是能力验证结果数据离散程度的指标，也反映了能力评定中允许的相对偏差范围。本次项目 A 组样品的稳健变异系数为 16.46%，B 组样品的稳健变异系数为 8.239%，均满足 GB 5009.12-2017 的规定，即在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%，说明本次能力验证数据的离散程度和评价区间满足方法预期和要求。

表 2 检测结果统计量汇总表（基于初测结果）

组别	结果数量	均值 (mg/kg)	最小值 (mg/kg)	最大值 (mg/kg)	中位值 (mg/kg)	稳健 CV 值 (%)	NIQR (mg/kg)
A	71	0.812	0.353	1.17	0.822	16.46	0.1353
B	99	0.485	0.209	0.940	0.477	8.239	0.0393

A 组指定值的标准不确定度为： $u_{x_A} = 1.25 \times \frac{0.1353}{\sqrt{71}} = 0.021\text{mg/kg}$ ， $u_{x_A} < 0.3\sigma_A$ ，A 组指定值的不确定度对能力评价的影响可以忽略。

B 组指定值的标准不确定度为： $u_{x_B} = 1.25 \times \frac{0.0393}{\sqrt{99}} = 0.005\text{mg/kg}$ ， $u_{x_B} <$

$0.3\sigma_B$ ，B 组指定值的不确定度对能力评价的影响可以忽略。

根据第一次检测结果计算 170 份初测结果的 Z 值，A 组有 1 家实验室检测结果出现不满意，占比 1.41%，6 家实验室检测结果可疑，占比 8.45%。B 组样品有 12 个实验室检测结果出现不满意，共占比 12.1%，5 家实验室检测结果可疑，共占比 5.05%。第一次检测实验室统计及 Z 值分布见表 3，A 组和 B 组样品第一次实验室检测结果 Z 比分数柱状图见附图 B-1，B-2，可直观描述检测实验室结果数据偏离程度和方向。

表 3 第一次检测实验室 Z 值分布

组别	Z 值范围	实验室代码	实验室数量	占比 (%)
A 组	$ Z \leq 2.0$	其他	64	90.1
	$2.0 < Z < 3.0$	53、57、96、135、150、162	6	8.45
	$ Z \geq 3.0$	58	1	1.41
B 组	$ Z \leq 2.0$	其他	82	82.8
	$2.0 < Z < 3.0$	40、95、112、168、180	5	5.05
	$ Z \geq 3.0$	11、20、22、30、44、64、85、86、156、164、166、169	12	12.1

4.3 实验室补测结果统计分析

协调者向结果可疑和不满意的 24 家实验室发放了补测通知，其中 23 家实验室参加了补测，补测结果见下图表 4，164 号实验室因实验室搬迁未参加补测。补测后实验室代码为 11、44、58 的实验室补测结果为可疑，其余实验室测试结果均为满意。

表 4 补测实验室结果统计分析

实验室代码	补测考核样编号	测定值 (mg/kg)	Z	评价结果
11	XXL0877	0.454	-2.72	*可疑
20	XXL0430	0.677	-1.07	满意
22	XXL0785	0.861	0.29	满意
30	XXL0692	0.769	-0.39	满意
40	XXL0944	0.813	-0.07	满意
44	XXL0645	0.486	-2.48	*可疑
53	XXL0555	0.508	0.79	满意
57	XXL0624	0.465	-0.31	满意
58	XXL0972	0.396	-2.06	*可疑

64	XXL0077	0.940	0.87	满意
85	XXL0087	0.839	0.13	满意
86	XXL0730	0.753	-0.51	满意
95	XXL0936	0.944	0.90	满意
96	XXL0029	0.509	0.81	满意
112	XXL0499	0.841	0.14	满意
135	XXL0988	0.453	-0.61	满意
150	XXL0882	0.469	-0.20	满意
156	XXL0985	0.815	-0.05	满意
162	XXL0183	0.497	0.51	满意
166	XXL0216	0.964	1.05	满意
168	XXL0125	0.752	-0.52	满意
169	XXL0857	0.808	-0.10	满意
180	XXL0320	0.816	-0.04	满意

注：加*号的数值为可疑值，即 $2.0 < |Z| < 3.0$

5 技术分析和建议

本次能力验证中，参与实验室采用 GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》（第一法或第二法）测定香辛料中铅元素。本次能力验证，项目实施机构已对两种方法测试样品的结果进行比较确认，两种方法对样品测试结果无显著影响。根据本次能力验证反映出来的问题，结合对各参加者反馈的信息、数据等资料，现对可能影响本次能力验证结果的原因分析如下：

1)、参加机构检验人员素质情况，对技术关键点的掌握程度

人员的业务素质会影响检测结果的准确性，检验人员在操作过程中的任一点疏忽都可以导致最终结果的偏离。通过部分参加者反馈的信息，反映出部分机构经验不足，相应检验工作开展较少，对标准的理解不够透彻，对仪器设备的操作不够熟练，遇到问题不能及时解决。部分结构日常所检样品种类单一（如多数疾控系统机构做水样比较多），检验人员不熟悉香辛料类样品的检验，缺少对此类基体较为复杂的样品的检验经验。

2)、仪器设备工作状态

仪器设备计量情况及确认、运行状态可能影响检测结果的精密度、准确度。样品测试前，应根据样品特性对仪器参数或分析条件进行必要的调整及优化，使仪器的各项指标趋于稳定后再开始检测。样品测试时，应分析相应谱图及干扰因素，及时采取应对措施。如石墨炉原子吸收法检测中，因样品基体较为复杂，基

体信号较大，会影响检测结果，可采取加入合适基改剂，同时应调整仪器使干扰峰的影响尽可能小。另外，部分机构的石墨炉原子吸收光谱仪，只具备氘灯扣背景功能，背景扣除效果不理想。

3)、样品前处理及定容稀释

此次能力验证样品基质较为复杂，含有较高的油类等物质，也含有较高的矿物质元素，实际检测过程中，如果样品前处理不完全，样品中的干扰物质排除不充分，或者前处理过程中造成目标物损失，则可能导致测定结果的不准确。部分机构因称样量较大、使用湿法消解等方式或微波消解仪性能不理想等，造成样品消解不完全、有机物残留较高、待测物未完全溶解到溶液中等情况，一定程度上影响了检测结果的准确性。另外因本样品基质较为复杂，ICP-MS法检测中，建议定容体积不要太小；石墨炉原子吸收光谱法检测中，建议适当稀释后再上机测试。同时应注意稀释定容体积的准确性。

4)、试剂质量及容器污染

铅是环境中常见的元素，低含量铅的测定极易受环境污染的影响。部分机构因容器或试剂质量问题，或因容器浸泡、清洗不充分，造成溶液中铅本底较高，从而造成结果偏离较大。

5)、各机构检测系统不同导致偏差

检测机构通常是按照能力验证计划的要求，自己选择需要的仪器、试剂、操作程序等组合的检测系统。不同的仪器、方法所测定的结果间存在的差异可能导致能力验证的结果偏离，检测机构应在查找原因时仔细分析辨别，因检测系统不同而产生偏离是否影响检测结果的准确性。

6)、标准物质及标准工作溶液

标准物质在化学分析中的作用非常关键，它的使用应以保证测量的可靠性为原则。标准物质未在有效期内或因储存不当等原因，均可能造成标准物质的标准值变化，从而影响检测结果的准确性；另一方面标准工作溶液配制浓度的准确性和工作溶液系列的浓度及梯度大小等也会影响样品检测结果。如工作溶液浓度较大、浓度间跨度较大、待测液浓度未在线性范围内或靠线性范围边沿、或曲线线性较差等，都可能造成检测结果的偏差较大。在实际工作中，机构应注意标准物质的有效期，并注意储存条件。在进行能力验证样品检测前，建议对标准物质进

行核查，并重新配制标准储备溶液或工作溶液。同时应注意确保标准工作溶液浓度准确性和合理性。

7)、样品的影响

本次能力验证的测试样品，均是通过均匀性和稳定性检验，并符合相应要求的样品。组织者在能力验证实施过程中，对样品进行了持续的稳定性监测，未发现异常。样品运输中未出现异常情况。机构在收到样品后，应及时确认样品状态，在收样或检测中，如发现样品异常，应及时与项目实施机构联系解决。

8)、质控措施及有效性

质控措施，是化学分析测试中确保样品检测结果准确性的有效手段之一。本次能力验证中，较多机构因主观意识或经验不足，或受客观条件限制（如无相应质控样等），未采取有效措施对检测过程进行质量控制，造成检测结果偏差较大。机构在进行相关测量时候，建议同时采取必要的质控措施（如质控样品、加标回收试验、人员比对、仪器比对、方法比对等），以确保检测结果的准确性。

9)、对作业指导书的理解情况

本次能力验证，个别实验室报送的结果中，信息不全，无法了解详细检测情况。甚至有机构并未按作业指导书要求开展样品测试。这可能是相关人员责任心不强，对作业指导书的理解、重视不够造成。

10)、计算、结果报送正确性等

个别机构样品因稀释倍数错误等原因，导致结果计算错误。这主要也是因为人员责任心不强，粗心大意导致。

6 总结

本次能力验证项目策划与设计、项目实施及相关环节均有南京食药检院完成。通过本次能力验证工作，进一步了解了相关检验检测机构工作的合规性及存在的问题，可识别实验室间存在的差异，帮助实验室提高自身的管理能力和技术水平，为江苏省市场监督管理局对食品领域的实验室监管提供重要的依据和技术支持。

本次能力验证活动具有以下几个特点：

(1) 样品设计、制备合理

本次能力验证样品采用香辛料为基质，有利于样品的运输与储存。制备过程混匀方式保证了样品良好的均匀性；短期和长期稳定性考察覆盖了项目的全过程，

保证了样品的稳定性监测的持续有效性。

(2) 参加实验室分布范围广，有很强的社会意义

参加本次能力验证的实验室覆盖了江苏省的各级检验检测机构，共有 170 家实验室参加，参加实验室类别包括市场监管系统检测机构（省、市、区）、社会实验室等其他实验室，充分说明此次能力验证计划具有广泛的参与性和代表性。

(3) 能力验证实施严谨，获得参加实验室的广泛认可

本次能力验证从方案的设计到实施，得到了市场监管局和海关等机构专家的大力帮助和指导，使得本次能力验证方案经过充分论证，进展顺利有序，获得参加实验室的广泛认可。

7 参考文献

- [1] CNAS-CL03: 2010 《能力验证提供者认可准则》
- [2] CNAS-RL02: 2018 《能力验证规则》
- [3] CNAS-GL002: 2018 《能力验证结果的统计处理和评价指南》
- [4] CANS-GL003: 2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》
- [5] GB/T 27043-2012 《合格评定能力验证的通用要求》
- [6] GB/T 28043-2019 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》

附录A 样品均匀性、稳定性检查数据记录

表 A-1-1 样品 A 均匀性检验数据汇总表

样品编号	$X_{i,1}$	$X_{i,2}$	$X_{i,3}$	\bar{X}_i
XXL0511	0.902	0.851	0.863	0.872
XXL0902	0.871	0.888	0.917	0.892
XXL0150	0.859	0.811	0.880	0.850
XXL0618	0.888	0.856	0.834	0.859
XXL0492	0.866	0.896	0.884	0.882
XXL0503	0.876	0.929	0.846	0.883
XXL0248	0.852	0.842	0.851	0.848
XXL0331	0.850	0.850	0.829	0.843
XXL0733	0.851	0.887	0.882	0.873
XXL0901	0.875	0.861	0.870	0.869
XXL0100	0.871	0.862	0.911	0.881
XXL0807	0.869	0.915	0.853	0.879
XXL0062	0.845	0.913	0.836	0.865
XXL0448	0.825	0.848	0.863	0.845
XXL0275	0.865	0.883	0.923	0.891
XXL0313	0.939	0.872	0.863	0.891
XXL0910	0.853	0.862	0.898	0.871
XXL0312	0.853	0.869	0.847	0.856
XXL0839	0.854	0.854	0.847	0.851
XXL0858	0.882	0.795	0.874	0.850
\bar{X}_A 均匀性=0.868				
样品间均方 $MS_1=0.0008048$, 样品内均方 $MS_2=0.0007651$				
$*S_{SA}=\sqrt{(MS_1 - MS_2)/3} = 0.003638$, $\# \sigma_A=0.1353$				
$F_A=1.052$, $F_{0.05}(19, 40)=1.853$				
$F_A < F_{0.05}$, $S_{SA} \leq 0.3\sigma_A$, 则 A 组样品是均匀的				

* S_s 为样品之间的不均匀性标准偏差； $\# \sigma$ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：经单因素方差分析（F 检验法）和 $S_s \leq 0.3\sigma$ 原则验证，样品 A 是均匀

的，样品不均匀性标准偏差不影响实验室能力评价。

表 A-1-2 样品 B 均匀性检验数据汇总表

样品编号	$X_{i,1}$	$X_{i,2}$	$X_{i,3}$	\bar{X}_i
XXL0797	0.434	0.463	0.454	0.451
XXL0132	0.462	0.452	0.433	0.449
XXL0742	0.478	0.482	0.453	0.471
XXL0736	0.461	0.492	0.454	0.469
XXL0536	0.432	0.459	0.453	0.448
XXL0435	0.432	0.437	0.451	0.440
XXL0317	0.442	0.442	0.439	0.441
XXL0724	0.446	0.470	0.482	0.466
XXL0622	0.524	0.427	0.481	0.477
XXL0738	0.419	0.450	0.435	0.434
XXL0325	0.432	0.427	0.452	0.437
XXL0416	0.478	0.492	0.447	0.472
XXL0348	0.463	0.425	0.474	0.454
XXL0256	0.490	0.442	0.456	0.462
XXL0374	0.447	0.475	0.480	0.467
XXL0527	0.488	0.465	0.456	0.470
XXL0011	0.453	0.449	0.530	0.477
XXL0472	0.438	0.469	0.459	0.455
XXL0757	0.463	0.457	0.439	0.453
XXL0911	0.471	0.436	0.470	0.459
$\bar{X}_B \text{ 均匀性 } = 0.458$				
样品间均方 $MS_1=0.000546$ ，样品内均方 $MS_2=0.000487$				
$*S_{SB}=\sqrt{(MS_1 - MS_2)/3} = 0.004459$ ， $\# \sigma_B=0.0393$				
$F_B=1.123$ ， $F_{0.05}(19, 40)=1.853$				
$F_B < F_{0.05}$ ， $S_{SB} \leq 0.3\sigma_B$ ，则 B 组样品是均匀的				

* S_s 为样品之间的不均匀性标准偏差； $\# \sigma$ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：经单因素方差分析（F 检验法）和 $S_s \leq 0.3\sigma$ 原则验证，样品 B 是均匀的，样品不均匀性标准偏差不影响实验室能力评价。

表 A-2-1 样品 A 短期稳定性检验数据汇总表

寄送地点	样品编号	$y_{i,1}$	$y_{i,2}$	$y_{i,3}$	\bar{y}_i	\bar{y}_A 短期稳定性	t 值
连云港	XXL0758	0.857	0.867	0.873	0.866	0.858	1.26
	XXL0720	0.846	0.863	0.839	0.850		
	XXL0841	0.838	0.860	0.891	0.863		
宜兴	XXL0133	0.869	0.857	0.850	0.859		1.56
	XXL0272	0.888	0.838	0.844	0.857		
	XXL0089	0.838	0.828	0.893	0.853		
$t_{0.05}=2.05, \sigma_A=0.1353, \bar{x}_A \text{ 均匀性}=0.868$							
$t_{A \text{ 连云港}} < t_{0.05}, t_{A \text{ 宜兴}} < t_{0.05}, \text{ 且 } \bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 短期稳定性} \leq 0.3\sigma_A$ 则 A 组样品在运输过程中是稳定的							

σ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：经 t 检验计算和 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则验证，样品 A 在经过运输过程后是稳定的，说明 2-4 天的常温运输不影响香辛料中铅的待测量值。

表 A-2-2 样品 B 短期稳定性检验数据汇总表

寄送地点	样品编号	$y_{i,1}$	$y_{i,2}$	$y_{i,3}$	\bar{y}_i	\bar{y}_B 短期稳定性	t 值
连云港	XXL0906	0.476	0.426	0.469	0.457	0.462	0.87
	XXL0452	0.440	0.457	0.472	0.457		
	XXL0827	0.460	0.455	0.518	0.478		
宜兴	XXL0231	0.493	0.493	0.431	0.472		0.27
	XXL0707	0.494	0.436	0.417	0.449		
	XXL0786	0.425	0.452	0.498	0.458		
$t_{0.05}=2.05, \sigma_B=0.0393, \bar{x}_B \text{ 均匀性}=0.458$							
$t_{B \text{ 连云港}} < t_{0.05}, t_{B \text{ 宜兴}} < t_{0.05}, \text{ 且 } \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 短期稳定性} \leq 0.3\sigma_B$ 则 B 组样品在运输过程中是稳定的							

σ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：经 t 检验计算和 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则验证，样品 B 在经过运输过程

后是稳定的，说明 2-4 天的常温运输不影响香辛料中铅的待测量值。

表 A-3-1 样品 A 长期稳定性检验数据汇总表

取样时间	7.1			7.4		
长期稳定性	XXL0447	XXL0940	XXL0496	XXL0219	XXL0019	XXL0233
	0.861	0.864	0.879	0.852	0.857	0.861
	0.841	0.869	0.838	0.840	0.865	0.866
t 值	1.18			1.51		
取样时间	7.10			7.20		
长期稳定性	XXL0903	XXL0791	XXL0409	XXL0798	XXL0842	XXL0634
	0.875	0.863	0.851	0.852	0.862	0.866
	0.861	0.862	0.872	0.851	0.849	0.845
t 值	0.56			1.93		
取样时间	7.30			8.16		
长期稳定性	XXL0135	XXL0294	XXL0828	XXL0958	XXL0254	XXL0140
	0.862	0.842	0.888	0.873	0.843	0.879
	0.875	0.858	0.876	0.880	0.868	0.882
t 值	0.13			0.42		
取样时间	9.30					
长期稳定性	XXL0319	XXL0322	XXL0457			
	0.870	0.863	0.875			
	0.874	0.856	0.867			
t 值	0.03					
$t_{0.05}=2.06, \bar{y}_A \text{ 长期稳定性}=0.863, \bar{x}_A \text{ 均匀性}=0.868, \sigma_A=0.1353$						
$t_A \leq t_{0.05} \text{ 且 } \bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 长期稳定性} \leq 0.3\sigma_A$ 则 A 组样品在长期储存过程中是稳定的						

σ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：长期常温储存条件下，各个时间间隔抽取的样品，经测定和统计分析，其 t 值均小于 $t_{0.05}$ 检验临界值=2.06，且 $|\bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 长期稳定性}| \leq 0.3\sigma$ ，则在整个能力验证过程中在常温储存条件下样品 A 中铅是稳定的。

表 A-3-2 样品 B 长期稳定性检验数据汇总表

取样时间	7.1			7.4		
长期稳定性	XXL0679	XXL0669	XXL0306	XXL0689	XXL0945	XXL0189
	0.488	0.444	0.455	0.432	0.460	0.482
	0.436	0.524	0.465	0.472	0.516	0.444
t 值	1.24			1.19		
取样时间	7.10			7.20		
长期稳定性	XXL0153	XXL0148	XXL0101	XXL0506	XXL0016	XXL0206
	0.446	0.462	0.464	0.438	0.450	0.452
	0.466	0.546	0.470	0.499	0.460	0.543
t 值	1.92			1.58		
取样时间	7.30			8.15		
长期稳定性	XXL0880	XXL0712	XXL0684	XXL0227	XXL0603	XXL0701
	0.500	0.416	0.451	0.456	0.462	0.475
	0.409	0.418	0.467	0.440	0.457	0.467
t 值	1.50			0.31		
取样时间	9.30					
长期稳定性	XXL0460	XXL0441	XXL0329			
	0.454	0.470	0.457			
	0.469	0.455	0.459			
t 值	0.53					
$t_{0.05}=2.06$, $y_{B \text{ 长期稳定性}}=0.464$, $\sigma_B=0.0393$, $\bar{x}_B \text{ 均匀性}=0.458$						
$t_B < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 长期稳定性} \leq 0.3\sigma_B$ 则 B 组样品在长期储存过程中是稳定的						

σ 是以参加此次能力验证计划实验室的回收数据标准化四分位距估计正态分布数据的总体标准差；各测定值及均值单位：(mg/kg)。

评价：长期常温储存条件下，各个时间间隔抽取的样品，经测定和统计分析，其 t 值均小于 $t_{0.05}$ 检验临界值=2.06，且 $|\bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 长期稳定性}| \leq 0.3\sigma$ ，则在整个能力验证过程中在常温储存条件下样品 B 中铅是稳定的。

附录B 能力验证参加单位报送结果及评价

表 B-1 样品 A 初测实验室检测结果评价表

实验室代码	考核样编号	测定值 (mg/kg)	Z	评价结果
1	XXL0562	0.884	0.46	满意
4	XXL0478	0.809	-0.10	满意
6	XXL0405	0.783	-0.29	满意
9	XXL0481	0.678	-1.06	满意
10	XXL0438	0.645	-1.31	满意
13	XXL0404	0.781	-0.30	满意
15	XXL0934	0.648	-1.29	满意
16	XXL0282	0.718	-0.77	满意
18	XXL0446	0.873	0.38	满意
19	XXL0572	0.763	-0.44	满意
24	XXL0465	0.751	-0.52	满意
27	XXL0247	0.869	0.35	满意
29	XXL0869	0.890	0.50	满意
39	XXL0886	0.964	1.05	满意
46	XXL0417	0.734	-0.65	满意
49	XXL0324	0.951	0.95	满意
51	XXL0662	0.843	0.16	满意
52	XXL0522	1.00	1.32	满意
53	XXL0065	0.511	-2.30	*可疑
55	XXL0412	0.572	-1.85	满意
57	XXL0198	0.475	-2.56	*可疑
58	XXL0066	0.353	-3.47	&不满意
66	XXL0978	0.818	-0.03	满意
68	XXL0057	0.756	-0.49	满意
74	XXL0959	0.862	0.30	满意
81	XXL0249	0.585	-1.75	满意
82	XXL0888	0.953	0.97	满意
89	XXL0424	0.785	-0.27	满意
93	XXL0705	0.932	0.81	满意
94	XXL0929	0.790	-0.24	满意
96	XXL0874	0.513	-2.28	*可疑
97	XXL0909	0.990	1.24	满意
99	XXL0668	0.918	0.71	满意
101	XXL0517	0.916	0.69	满意
104	XXL0241	0.820	-0.01	满意
105	XXL0081	0.958	1.01	满意
113	XXL0274	0.792	-0.22	满意
115	XXL0367	0.965	1.06	满意

119	XXL0475	0.732	-0.67	满意
120	XXL0151	0.812	-0.07	满意
123	XXL0556	0.716	-0.78	满意
125	XXL0816	0.879	0.42	满意
127	XXL0661	0.996	1.29	满意
130	XXL0974	0.758	-0.47	满意
131	XXL0196	0.805	-0.13	满意
132	XXL0726	0.901	0.58	满意
133	XXL0237	1.07	1.83	满意
135	XXL0989	1.17	2.57	*可疑
137	XXL0784	0.862	0.30	满意
138	XXL0240	0.901	0.58	满意
139	XXL0323	0.660	-1.20	满意
141	XXL0706	0.814	-0.06	满意
144	XXL0372	1.06	1.76	满意
146	XXL0251	0.986	1.21	满意
147	XXL0747	1.02	1.46	满意
149	XXL0391	1.04	1.61	满意
150	XXL0407	0.462	-2.66	*可疑
151	XXL0214	0.618	-1.51	满意
153	XXL0131	0.846	0.18	满意
154	XXL0105	0.862	0.30	满意
158	XXL0891	0.971	1.10	满意
160	XXL0396	0.822	0.00	满意
161	XXL0304	0.863	0.30	满意
162	XXL0181	0.458	-2.69	*可疑
163	XXL0667	0.913	0.67	满意
165	XXL0802	1.03	1.54	满意
167	XXL0583	0.751	-0.52	满意
170	XXL0406	0.696	-0.93	满意
171	XXL0862	0.886	0.47	满意
172	XXL0388	0.970	1.09	满意
173	XXL0458	0.817	-0.04	满意

注：加*号的数值为可疑值，即 $2.0 < |Z| < 3.0$ ，加&号的数值为不满意，即 $|Z| \geq 3.0$ 。

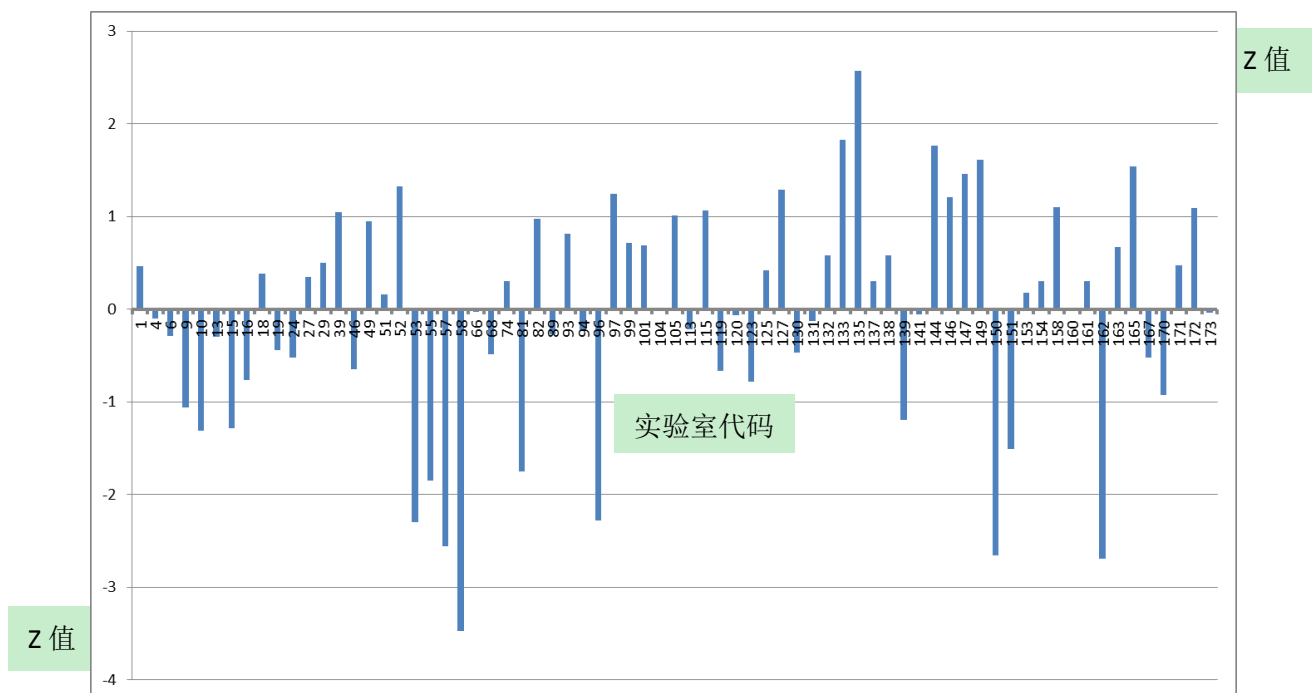


图 B-1 A 组样品实验室结果 Z 比分数柱状图（初测实验室）

表 B-2 样品 B 初测实验室检测结果评价表

实验室代码	考核样编号	测定值 (mg/kg)	Z	评价结果
2	XXL0567	0.474	-0.08	满意
3	XXL0385	0.425	-1.32	满意
5	XXL0177	0.400	-1.96	满意
7	XXL0568	0.472	-0.13	满意
8	XXL0418	0.497	0.51	满意
11	XXL0664	0.246	-5.88	&不满意
14	XXL0815	0.425	-1.32	满意
17	XXL0099	0.513	0.92	满意
20	XXL0071	0.866	9.90	&不满意
21	XXL0537	0.471	-0.15	满意
22	XXL0110	0.768	7.40	&不满意
23	XXL0721	0.443	-0.87	满意
25	XXL0638	0.452	-0.64	满意
26	XXL0432	0.428	-1.25	满意
28	XXL0937	0.462	-0.38	满意
30	XXL0687	0.641	4.17	&不满意
31	XXL0953	0.477	0.00	满意
40	XXL0194	0.582	2.67	*可疑
41	XXL0079	0.480	0.08	满意
42	XXL0277	0.522	1.15	满意

43	XXL0342	0.472	-0.13	满意
44	XXL0771	0.655	4.53	&不满意
45	XXL0242	0.487	0.25	满意
47	XXL0630	0.429	-1.22	满意
48	XXL0311	0.537	1.53	满意
50	XXL0301	0.482	0.13	满意
54	XXL0028	0.481	0.10	满意
56	XXL0593	0.495	0.46	满意
59	XXL0865	0.466	-0.28	满意
60	XXL0111	0.488	0.28	满意
61	XXL0163	0.490	0.33	满意
62	XXL0221	0.432	-1.15	满意
63	XXL0209	0.514	0.94	满意
64	XXL0871	0.940	11.78	&不满意
65	XXL0055	0.475	-0.05	满意
67	XXL0612	0.523	1.17	满意
70	XXL0923	0.486	0.23	满意
71	XXL0586	0.477	0.00	满意
72	XXL0271	0.485	0.20	满意
73	XXL0200	0.405	-1.83	满意
75	XXL0710	0.468	-0.23	满意
76	XXL0769	0.504	0.69	满意
77	XXL0026	0.470	-0.18	满意
78	XXL0041	0.463	-0.36	满意
79	XXL0170	0.455	-0.56	满意
83	XXL0776	0.448	-0.74	满意
84	XXL0848	0.476	-0.03	满意
85	XXL0067	0.809	8.45	&不满意
86	XXL0509	0.209	-6.82	&不满意
87	XXL0474	0.460	-0.43	满意
88	XXL0165	0.454	-0.59	满意
90	XXL0261	0.498	0.53	满意
91	XXL0648	0.476	-0.03	满意
92	XXL0295	0.501	0.61	满意
95	XXL0197	0.372	-2.67	*可疑
98	XXL0620	0.478	0.03	满意
100	XXL0835	0.502	0.64	满意
102	XXL0038	0.455	-0.56	满意
103	XXL0018	0.534	1.45	满意
106	XXL0819	0.461	-0.41	满意
107	XXL0893	0.456	-0.53	满意
108	XXL0983	0.523	1.17	满意
109	XXL0050	0.446	-0.79	满意

110	XXL0103	0.508	0.79	满意
111	XXL0208	0.490	0.33	满意
112	XXL0694	0.396	-2.06	*可疑
114	XXL0863	0.446	-0.79	满意
116	XXL0235	0.405	-1.83	满意
117	XXL0178	0.508	0.79	满意
118	XXL0480	0.460	-0.43	满意
121	XXL0532	0.498	0.53	满意
122	XXL0779	0.495	0.46	满意
124	XXL0571	0.478	0.03	满意
126	XXL0182	0.475	-0.05	满意
128	XXL0213	0.457	-0.51	满意
129	XXL0318	0.500	0.59	满意
134	XXL0456	0.513	0.92	满意
136	XXL0433	0.462	-0.38	满意
140	XXL0245	0.448	-0.74	满意
142	XXL0398	0.402	-1.91	满意
143	XXL0222	0.502	0.64	满意
145	XXL0599	0.508	0.79	满意
148	XXL0053	0.467	-0.25	满意
152	XXL0570	0.461	-0.41	满意
155	XXL0718	0.515	0.97	满意
156	XXL0588	0.692	5.47	&不满意
157	XXL0268	0.505	0.71	满意
159	XXL0682	0.468	-0.23	满意
164	XXL0731	0.778	7.66	&不满意
166	XXL0867	0.811	8.50	&不满意
168	XXL0114	0.396	-2.06	*可疑
169	XXL0569	0.685	5.29	&不满意
174	XXL0942	0.550	1.86	满意
175	XXL0334	0.530	1.35	满意
176	XXL0745	0.450	-0.69	满意
177	XXL0205	0.516	0.99	满意
178	XXL0918	0.452	-0.64	满意
179	XXL0616	0.499	0.56	满意
180	XXL0298	0.389	-2.24	*可疑

注：加*号的数值为可疑值，即 $2.0 < |Z| < 3.0$ ，加&号的数值为不满意，即 $|Z| \geq 3.0$ 。

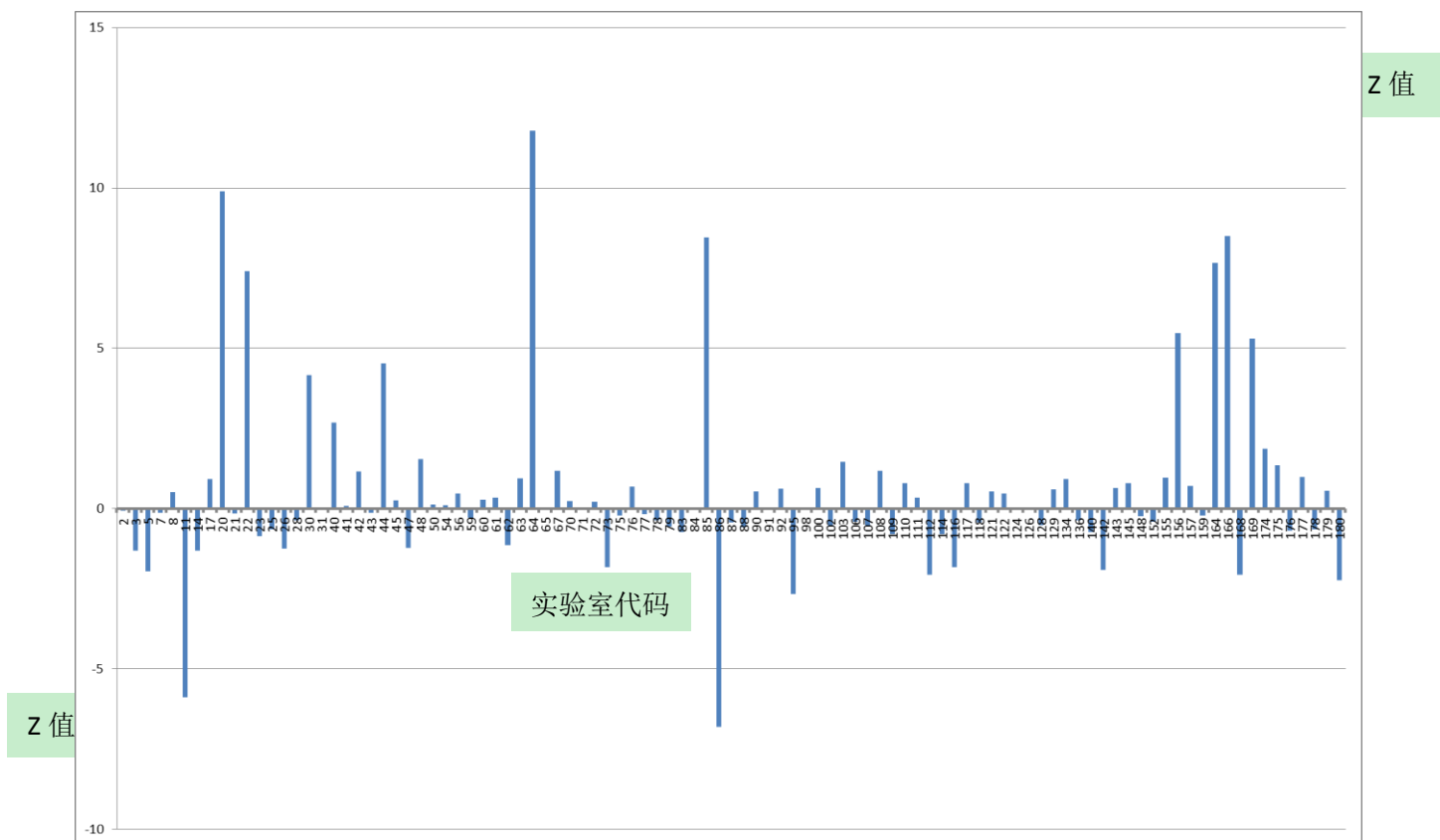


图 B-2 B组样品实验室结果 Z 比分数柱状图 (初测实验室)

附录C 作业指导书

能力验证作业指导书

香辛料中铅的测定

各参加实验室：

受江苏省市场监督管理局委托，本院承担了此次“香辛料中铅的测定”能力验证计划的技术工作。感谢参加本次能力验证计划。

在本次能力验证计划中，贵实验室代码为_____，在以后的联系和报告中均以该代码代表贵实验室。

为保证本次能力验证计划工作的顺利实施，请认真阅读本作业指导书，并**按时提交结果**。针对本次能力验证项目，特作如下说明：

一、样品说明：

1、本次能力验证共测试 1 个项目铅。每个实验室提供 2 份样品，每份样品约 10g，发送给贵实验室样品编号为_____、_____。

2、样品为粉末状，用高密度聚乙烯瓶装，铝箔密封，常规室温条件下保存。收到样后请将样品置于阴凉、干燥条件下保存，开封后尽快完成测试，妥善保存，避免吸潮。

3、本次能力验证样品已通过均匀性、稳定性测试和其他有关验证。

4、本次能力验证以邮寄方式发放样品。由顺丰公司寄送。

5、随同样品寄送的还有《能力验证作业指导书》（共 2 页）、《能力验证样品接收状态确认表》（共 1 页）、《能力验证样品测试结果报告单》（共 2 页）等，请注意查收。

6、各实验室在收到样品后，应首先对样品状态进行确认，填写《能力验证样品接收状态确认表》，并于 2 日内（且在 2021 年 8 月 30 日 17:00 前），扫描后将电子版反馈回实施机构（原件可随同《结果报告单》原件、《报名表》原件等一同寄送回实施机构），如发现样品有破损等问题应立即与实施机构联系，不反馈即视为样品完好。样品编号标注在样品外层包装上。

7、本次能力验证样品中铅的含量范围为： $(0.10\sim 2.0)$ mg/kg，

8、样品仅用于本次能力验证的检测，如果参加实验室将样品用于本次能力验

证以外的其他目的，组织方不承担由此引起的任何责任。

二、检验方法说明：

1、本次能力验证项目检验方法为：GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》（第一法或第二法）。各机构根据实际情况选择相应方法开展检验。

2、本次能力验证计划，要求各实验室按照日常检测程序开展测试，取样量等应满足标准要求。

三、检测结果反馈说明：

1、检测结果等相关信息填写在《能力验证样品测试结果报告单》中，结果以 mg/kg 为单位，保留三位有效数字；每份样品重复测定两次，取算术平均值。两份样品均需反馈结果。

2、各承检机构应客观、真实地填写检测结果报告单。

3、各承检机构应当于收到样品后 5 个工作日内（不含当日，且在 2021 年 9 月 6 日 17:00 前），将填写好的《能力验证样品测试结果报告单》签字盖章后，扫描并以电子邮件附件的形式反馈给实施机构，同时将该报告单、相关的原始记录及谱图纸质版原件等资料及时邮寄至实施机构。无故未按期提交结果的实验室，其结果将不列入统计。

4、测试中若出现偏离的现象或其他问题，请在结果报告单中说明。

四、统计技术说明

本次能力验证评价方法采用稳健（Robust）统计技术。

五、保密性及公正性说明：

1、本次能力验证过程中，承担单位将对各参加实验室的有关信息保密，各实验室均以唯一代码表示。

2、本次能力验证样品随机发送，计划实施过程中，严禁参加实验室相互串通结果，一经发现，其结果将不列入本次统计，并上报省市场监管局。

3、本次能力验证结果信息将由省市场监管局组织反馈。

六、联系方式：

实施机构：南京市食品药品监督检验院

通讯地址：南京市江宁区文芳路 199 号 3 号楼 2 楼

邮 编：211198

联系人：吴海晶 黄梦静 孙小杰

联系电话/手机：18951782962 18951782933 18951782960

025-86822007 025-89636183

E-mail: 3335204193@qq.com

附录 D 能力验证样品接收状态确认表

能力验证样品接收状态确认表

实验室代码：

能力验证计划名称	香辛料中铅的测定能力验证		
组织机构	江苏省市场监督管理局		
实施机构	南京市食品药品监督检验院		
发送机构	南京市食品药品监督检验院		
电话 / 邮箱	18951782962 18951782933 18951782960 025-89636183 3335204193@qq.com	联系人	吴海晶 黄梦静 孙小杰
发送日期	2021.08.25		
发送状态	<input checked="" type="checkbox"/> 完好 <input type="checkbox"/> 不完好	发送人签名	
以下由参加能力验证实验室填写			
接收实验室名称：			
联系地址：			
联系电话/传真：		邮 编：	
E-mail：		联系人：	
收到样品日期：		样品编号：	
接收时，被测样品状态是否良好： <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否			
如需要，对被测样品状态的详细说明：			
接收人签名：			
备注：			
1、实验室收到样品后，请及时确认样品状态，填好本表，并于 2日内（且在2021年8月30日17:00前） ，扫描后将电子版提交发样机构，邮箱：3335204193@qq.com； 原件随后寄送至实施单位（或随结果报告单一并寄送）。			
2、收到样品后，若发现包装破损、编号模糊等可能导致无法测试的情况，请保留照片等证据，及时向发样机构反馈。请勿开封样品，在样品状态确认表上尽可能详细描述并扫描发邮件，同时将原样品寄回，本机构将考虑重新寄送样品。不反馈即表示样品状态良好。			
3、如有其他情况或不明之处，请及时与本机构联系。			

附录 E 能力验证样品测试结果报告单

能力验证样品测试结果报告单

实验室/机构名称: _____ 实验室代码: _____

计划名称		香辛料中铅的测定				
样品编号						
测试结果	平行试验		1	2	1	2
	铅 (Pb)	称样量 (g)				
		结果 (mg/kg)				
		平均值 (mg/kg)				
		回收率 (%) (如有)				
测试方法	标准物质证书编号、批号、提供者、有效期					
	标准物质定值及不确定度					
	标准工作曲线浓度 ($\mu\text{g/L}$)					
	检测方法代号、章节					
	前处理方法					
	检测设备 (品牌、型号、计量有效期至)					
	定量限 (mg/kg)					
	是否出现方法偏离					
	是否为通过认证认可方法		CMA 认证: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否		CNAS 认可: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否	
其他	所采用的方法是否为实验室的常用方法? <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否					
	其他方法验证? (如果有)	验证方法:				
测试过程中出现的问题或异常现象:						
实验室/机构负责人 (签字): (盖章): 年 月 日						
备注:						
1. 请使用电子版填写结果报告单, 不可缺项。 2. 测试结果保留三位有效数字; 3. 附标准系列、样品原始记录及谱图。原件请寄回实施机构。						