

# 2017 年水中砷、汞含量的测定 能力验证技术分析报告

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

2017 年 12 月

组织单位：新疆维吾尔自治区质量技术监督局

实施单位：新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

项目计划实施负责人：阳胜

技术专家：田雪、潘磊

统计专家：王磊

计划联络人：王磊、刘凤霞

# 目 录

一、前言	2
二、能力验证的概况	2
(一) 参加检验检测实验室概述	2
(二) 方案设计	3
(三) 测试项目和要求	4
(四) 样品均匀性和稳定性	5
(五) 补测工作	5
(六) 保密性要求	5
(七) 时间进度	6
三、统计分析及能力评价原则	6
(一) 初测结果评价	6
(二) 补测、迟交结果评价	6
四、检测结果统计和能力评价	6
(一) 初测结果评价	6
(二) 统计图表	8
(三) 补测结果统计	8
(四) 结果评价	9
五、技术分析和建议	9
六、附录	14
附录 A: 实验室的检测结果和结果评价	14
附录 B: 实验室 Z 值柱状图	18
附录 C: 相关文件	22

## 一、前言

水中砷、汞含量的测定能力验证是由新疆维吾尔自治区质量技术监督局（以下简称自治区局）组织，新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院（以下简称自治区质检院）承担并实施。本计划旨在了解自治区境内环境检验检测机构在该领域的整体水平，通过识别检验检测实验室间存在的差异和采取相应纠正措施，促进各参加实验室不断提高检验检测的能力和水平，保证获证检验检测机构检测数据的准确、可靠，督促其保持和提高该项目的检测能力。

自治区局在“自治区质量技术监督局关于组织开展 2017 年检验检测实验室能力验证工作的通知”中指出：已获得本《通知》所列能力验证项目资质的自治区境内环境检验检测机构必须参加本次能力验证。取得满意结果的检验检测实验室可在 2017 年至 2018 年检验检测机构资质认定评审中免除对相应项目的现场实验，对于首次申请检验检测机构资质认定的，计入检验检测机构参加能力验证记录。对报送的能力验证结果不符合要求、过期不报或应当参加而未参加能力验证的检验检测机构，其结果均视为不满意。

本次能力验证的结果较客观地反映了我区环境检验检测机构水质中砷、汞含量测定能力的基本状况。

本报告由自治区质检院编制，报告的“技术分析和建议”向检验检测实验室提供有益的信息，希望对提高技术水平有所帮助。

## 二、能力验证的概况

### （一）、参加检验检测实验室概述

本次向 71 个实验室发放了样品，有 59 家实验室按期报告了结果，4 家实验室推迟报告了结果，有 8 家未反馈结果。参加实验室按所属辖区分布情况见表 1。

表 1 参加能力验证检验实验室的所属辖区分布情况

所属辖区	参加实验室数量	所占比例%	所属辖区	参加实验室数量	所占比例
乌鲁木齐	26	41.27	伊犁	5	7.94
五家渠	1	1.59	和田	1	1.59
阿勒泰	1	1.59	喀什	2	3.17
巴州	2	3.17	克拉玛依	7	11.11
博州	2	3.17	石河子	3	4.76
昌吉州	2	3.17	塔城	5	7.94
哈密	4	6.35	吐鲁番	1	1.59
阿克苏	1	1.59			

上报结果的 63 家实验室中，兵团系统 2 家、行业检测实验室 19 家、社会实验室 42 家，具体情况见表 2。

表 2 参加实验室的行业分布

## (二)、方案设计

按照自治区局《关于组织开展 2017 年检验检测实验室能力验证工作的通知》要求，本次能力验证计划重点考查检验检测机构对于环境水质中金属元素的测定能力；我们在设计方案时综合考虑了拟用样品的均匀性、稳定性特性、待测元素本底含量的要求，以及目前自治区域内已获检测资质范

系统	参加实验室数量	所占比例%
兵团系统	2	3.17
行业检测实验室	19	30.16
社会实验室	42	66.67

围等多方因素，最终选用环境水质标准样品（带证书）作为能力验证样品，砷、汞作为测定项目。

方案设计遵循 GB/T28043-2011《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL02《能力验证结果的统计处理和评价指南》。

能力验证样品为实施单位向具有标准物质生产资质的机构购买有证标准物质（水质样品），购买的标准物质共 6 组，3 组水质中的砷，编号分别为 A1 组、A2 组、A3 组；3 水质中的汞，编号分别为 B1 组、B2 组、B3 组。

选取试样 A1 组，A2 组、B1 组、B2 组作为初测试样，每个实验室各随机分发 1 支砷、汞样品。对于初测结果为不满意的检测机构，将派发 A3 组和 B3 组进行补测。

测试样品为有证标准物质，均匀性、稳定性已经过验证。实施单位于 2017 年 10 月 14 日以邮政特快专递的方式邮寄至各实验室，并同时附上作业指导书、样品接受状态确认表、结果报告单等文件。

### （三）、测试项目和要求

本次能力验证检测项目为水中砷含量和汞含量，检测方法可采用 HJ 597-2011、HJ 694-2014、HJ776-2015、GB/T 5750.6-2006、GB/T 7485-1987、GB/T 8538-2008 和 SL327.1-4-2005，并按作业指导书要求提交检测结果。

### （四）、样品均匀性和稳定性

实施单位选用了购买自环境保护部标准样品研究所和北京坛墨质检科技有限公司的有证环境标准物质作为此次能力验证的样品，均在有效期内，均一性及稳定性均已验证。

### （五）、补测工作

按照《自治区质量技术监督局关于组织开展 2017 年检验检测实验室能力验证工作的通知》要求，对初测结果不满意的实验室，可允许其自愿参加一次补测。4 家迟报实验室随补测实验室进行了统计评价，补测、迟报结果不影响第一次总体统计参数。

本次能力验证活动中，我们向第一次测试结果不满意的 18 家实验室发出了补测通知，18 家均自愿参加了补测并提交了结果。本次能力验证计划的补测样品编号为原实验室代码-b。

补测结果不满意、迟报结果不满意，按照最终结果不满意处理，迟报实验室不满意结果不再补测。

由于补测实验室不多，实施机构随机抽取了非原组别的样品派发至补测实验室，未使用 A3 组、B3 组样品。

#### （六）、保密性要求

出于保密需要，本次能力验证中对每个参加实验室赋予了一个代码。在本报告中，凡说明实验室的检测结果和能力评价时均以代码表示。

#### （七）、时间进度

本次能力验证从 2017 年 9 月开始设计方案，10 月 14 日开始向参加实验室分发样品，由于客观原因，12 月 9 日前回收实验室检测结果，随后对结果进行汇总、分析和编制本报告。

### 三、统计分析及能力评价原则

#### （一）、初测结果评价

本次能力验证对检验结果采用四分位数稳健统计方法

(Robust) 统计技术处理。对每个检验项目将计算样本统计量: 结果总数(N)、中位值(Median)、标准化四分位距(Norm IQR)、极小值(minimum)、极大值(maximum)、实验室的稳健 Z 比分数(Z)。

本次能力验证涉及的统计量有结果数、中位值、N IQR、最小值、最大值。各统计量的意义及相关计算方法参见 CNAS-GL02: 2006 《能力验证结果的统计处理和评价指南》。

本次能力验证以 Z 比分数评价实验室的结果, 即:

$|Z| \leq 2$  为满意结果;

$2 < |Z| < 3$  为有问题结果;

$|Z| \geq 3$  为不满意结果。

## (二)、补测、迟交结果评价

按照自治区局要求, 对初测样品检验结果为不满意的实验室可进行补测。本次能力验证的补测样品与初测样品取自同一样本, 补测结果、迟交结果的评价利用初测样品检测结果的中位数及 NIQR 进行, 当该样品 Z 比分数有问题或不满意时, 则本次样品结果为有问题或不满意。

## 四、检测结果统计和能力评价

### (一) 初测结果评价

#### 1、A 样品, 参加的全部 31 家实验室:

有 30 家提交了符合要求的砷测试结果, 1 家未报结果, 不满意实验室 5 家, 占提交实验室总数的 17%; 有问题实验室 2 家, 占提交实验室总数 7%。

提交了 28 家符合要求的汞测试结果, 3 家未报结果, 以



Z 比分数评价，不满意实验室 5 家，占参加实验室的 18%，有问题实验室 1 家，占参加实验室总数的 4%。涉及的 A 样统计量见表 3。

表 3 A 样统计量汇总表

结果判别	实验室代码	实验室代码
	砷	汞
$2 <  Z  < 3$ (有问题结果)	L21、L22	L29
$ Z  \geq 3$ (不满意结果)	L01、L13、L15、L20、 L30	L05、L09、L13、L15、 L22
有问题实验室总计	3 家	
不满意实验室总计	8 家	

A 样初测不满意或有问题实验室结果统计表见表 4

表 4 A 样初测有问题和不满意结果结果统计

检测项目	结果数目	中位数	标准 IQR	稳健 CV%	最大值	最小值	极差
砷 $\mu\text{g/L}$	30	8.93	1.3362	14.96	26.2	2.99	23.21
汞 $\mu\text{g/L}$	28	0.599	0.1279	21.35	4.70	0.332	4.368

2、B 样品，参加的全部 28 家实验室：

有 27 家机构提交了符合要求的砷测试结果，1 家未报结果。不满意实验室 5 家，占参加实验室总数的 19%；有问题实验室 1 家，占参加实验室总数的 4%。

有 28 家机构提交了提交了符合要求的汞测试结果，不满意实验室 6 家，占参加实验室总数的 21%；有 1 家不满意结果，占参加实验室的 4%。

涉及的 B 样统计量见表 5，

表 5 B 样统计量汇总表

检测项目	结果数目	中位数	标准 IQR	稳健 CV%	最大值	最小值	极差
砷 $\mu\text{g/L}$	27	25.20	1.0749	4.27	36.60	6.14	30.46
汞 $\mu\text{g/L}$	28	3.04	0.1631	5.37	6.24	2.34	3.90

B 样初测不满意或有问题实验室结果统计表见表 6。

表 6 B 样初测有问题和不满意结果结果统计

结果判别	砷	汞
	实验室代码	实验室代码
$2 <  Z  < 3$ (有问题结果)	L48	L65
$ Z  \geq 3$ (不满意结果)	L49、L59、L63、L66、 L67	L40、L41、L49、L50、 L53、L58
有问题实验室总计	2 家	
不满意实验室总计	10 家	

### (二) 统计图表

为了清晰表示各实验室参加能力验证计划的结果，将  $Z$  值按大小顺序排列作柱状图（见附录 B），每一个柱条标有该实验室的代码。从该柱状图上，各参加实验室可以将各自检测结果与其他参加实验室进行比较分析。

### (三) 补测结果统计

本次能力验证共有 18 家参加补测并提交了结果，4 家迟交了结果。结果统计见表 7：

表 7 补测结果统计

结果判别	砷	汞
	实验室代码	实验室代码
$ Z  \leq 2$ (满意结果)	32、33、49-b、59-b、 63-b、66-b、68、01-b、 15-b、20-b、30-b	41-b、50-b、53-b、 58-b、05-b、09-b、 22-b

$2 <  Z  < 3$ (有问题结果)	无	L13-b
$ Z  \geq 3$ (不满意结果)	L67-b、L69	L40-b
有问题实验室总计	1家	
不满意实验室总计	3家	

#### (四) 结果评价

结合初测结果、迟交结果、补测结果后，本次能力验证共有 63 家实验室反馈了数据，有问题实验室 6 家，不满意实验室 3 家。

反馈砷项目结果的实验室有 61 家，砷项目满意实验室 56 家，占反馈砷实验室总数的 92%；有问题实验室 3 家，占反馈砷实验室总数的 5%；不满意实验室 2 家，占反馈实验室的 3%；2 家未反馈结果。

反馈汞项目结果的实验室 60 家，汞项目满意实验室 56 家，占反馈实验室 93%、有问题实验室 3 家，占反馈实验室 5%；不满意实验室 1 家，占反馈实验室 2%、3 家未反馈结果。

统计结果见表 8。

表 8 最终结果有问题和不满意实验室统计

结果判别	砷	汞
	实验室代码	实验室代码
$2 <  Z  < 3$ (有问题结果)	L21、L22、48	L29、L65、L13-b
$ Z  \geq 3$ (不满意结果)	L67-b、L69	L40-b
有问题实验室总计	6家	
不满意实验室总计	3家	
结果满意率 (%)	92	93

## 五、技术分析和建议

本次能力验证的结果，在一定程度上反映了自治区境内该领域实验室的检测水平。针对本次能力验证中可疑及不满意结果，结合各参加机构提供的相关记录信息，对检测结果

进行分析总结，归纳出以下建议，供各参加机构参考：

### 1、检测方法和仪器设备使用

本次能力验证为了能使较多的检验检测机构参加，方案中规定了较广泛的检测方法，其中汞的测定有 5 种方法（5 个标准），砷有 6 种方法（6 个标准），但从方法（标准）的内容可看出，选用不同标准的主要差异在于检测设备不同，本次能力验证中，使用较为普遍的方法是原子荧光光谱法，仅有个别检测机构选用了分光光度法，冷原子吸收法和 ICP 法。

本次能力验证活动中，提交结果的实验室其中砷是 56 家，满意结果 47 家；汞是 56 家，满意结果 46 家。各实验室采用的方法汇总分别见表 9 和表 10。

表 9 砷测定方法汇总表

测定方法	单位（家）	初测满意结果（家）
原子荧光光谱法	51	45
ICP 法	1	1
分光光度法	4	1

表 10 汞测定方法汇总表

测定方法	单位（家）	初测满意结果（家）
原子荧光光谱法	54	46
冷原子吸收法	4	2

参加本次能力验证的实验室选用的检测方法分别为：原子荧光光谱法、分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法（ICP法）和冷原子吸收法四种。四种方法优缺点比较见表 11。

表 11 不同方法优缺点比较表

方法	优点	缺点
原子荧光光谱法	检测限低，灵敏度高，	设备相对较昂贵

	干扰小	
ICP 法	检测限低，稳定性好，受样品 基底影响很小	设备昂贵，使用和维护要求 严格
分光光度法	设备相对便宜，易于操作和维 护	检测限高，灵敏度低，易受 到其他元素干扰
冷原子吸收法	设备相对便宜，灵敏度比分光 光度法高	用到试剂比较多，容易带入 干扰物质，造成数据的偏离

在选择检测方法时，需要根据样品实际含量选择具有与之相匹配的仪器检测限和方法检测限的检测标准。在做实验的过程中，应根据试样的基体，同时结合所采用标准方法的要求，对仪器的参数进行优化，也要考虑本底干扰的扣除。

## 2、实验环节、检测用水、试剂及标准物质的影响分析

本次能力验证是测定水质中的微量砷和汞，虽然前处理步骤较简单，但由于样品含量较低，检测过程中，玻璃器皿任何轻度的污染都会导致结果发生偏差；检测用水和试剂的纯度，直接影响到检测样品的空白因此，建议实验室在做无机痕量检测分析时，应按照相应标准要求，选用相应级别的实验室用水，并尽量使用优级纯试剂。

标准溶液的配制是光谱分析的一个重要环节，样品的浓度含量是由标准溶液赋值的；如果标准溶液的标称值不准确，其他所有分析条件控制到位，样品的浓度含量也不会准确。有些实验室配制标准溶液时存在问题，如：标准系列溶液过有效期、标准曲线线性过窄、待测样品溶液浓度落在标准曲线最低点或最高点附近等，这些都将引起测试结果偏差。参加本次能力验证活动的部分实验室，样品的测定浓度接近于标准曲线浓度的下限，这也是造成结果偏离可能的原因之一，待测样品的浓度应在标准曲线范围内，并且最好在标准曲线的中间部分。

### 3、检测过程中质量控制手段的使用

通过质控手段减少测定结果的偏差已成为当前检测检验机构普遍采用的做法。本次参加机构在检测过程中绝大多数都使用质量控制手段，如使用有证标准物质，做加标回收等。有些实验室在检测过程中未选用有效的质控方式；还有个别实验室在检测过程中，虽然采用了加标回收等质控方式，但对加标回收结果未进行校正，因此，未选用有效的质控方式或者未对质控结果进行有效分析都可能是造成检测结果不满意的原因之一。

### 4、检测人员影响因素

检测人员的影响因素主要体现在人员专业基础知识和操作能力欠缺和不扎实，以及对能力验证作业指导书的理解不清晰。此次能力验证活动出现部分实验室对作业指导书理解不到位的现象，如：有的实验室报送的结果有效位数不符合要求，信息不全，无法了解详细检测情况，取样量少；待测溶液稀释倍数太多，配制标准曲线浓度范围不当，实验人员操作过程中的不当。出现这些问题，体现相关人员专业基础知识不够扎实、责任心不强。

检测人员需对仪器的使用十分熟悉，对检测方法充分理解并熟练掌握，以科学严谨的态度对待实验。本次能力验证初测中存在个别实验室在仪器突然断电，电压不稳定的情况下检测并报出检测结果。还有一些实验室在使用分光光度法测定砷含量时，校准曲线计算错误的情况。

## 2、建议

(1) 本次能力验证活动中，少数实验室存在可疑或不满意结果，建议参照本报告给出的相关信息，根据相关标准

和规范，结合自身实际情况，对本实验室的数据做一评估，找出问题所在，制定并执行纠正措施，持续保持和提高技术能力和管理水平。

（2）建议加强对参与人员的培训力度，加强检测人员专业基础知识和操作能力培训；检验检测机构严格按照资质认定准则和管理体系文件的要求执行；

（3）在检测工作中过程加强质量控制手段运用，确保检查结果准确可靠。

## 六、附录

### 附录 A: 实验室的检测结果和结果评价

表 A-1 A 样砷项目检测结果和评价

实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值	实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值
L01	14.200	3.94 §	L17	6.560	-1.77
L02	8.980	0.04	L18	7.520	-1.06
L03	9.320	0.29	L19	9.100	0.13
L04	8.880	-0.04	L20	13.500	3.42 §
L06	7.720	-0.91	L21	6.121	-2.10*
L07	7.900	-0.77	L22	5.990	-2.20*
L08	9.050	0.09	L23	7.574	-1.01
L09	10.600	1.25	L24	9.150	0.16
L10	9.920	0.74	L25	8.930	0.00
L11	8.790	-0.10	L26	8.930	0.00
L12	7.650	-0.96	L27	7.780	-0.86
L13	26.200	12.92 §	L28	8.090	-0.63
L14	9.520	0.44	L29	7.520	-1.06
L15	2.990	-4.45 §	L30	13.200	3.20 §
L16	10.500	1.17	L31	9.040	0.08
结果数目		30			
中位数 (μg/L)		8.93			
标准化 IQR		1.3362			
稳健 CV (%)		14.96			
最大值 (μg/L)		26.2			
最小值 (μg/L)		2.99			
极差 (μg/L)		23.21			

注: \*表示  $2 < |Z| < 3$ , 为有问题结果; §表示  $|Z| \geq 3$  为不满意结果



表 A-2 A 样汞项目检测结果和评价

实验室代码	结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	Z 值	实验室代码	结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	Z 值
L01	0.624	0.20	L15	2.400	14.08 §
L02	0.532	-0.52	L17	0.614	0.12
L03	0.668	0.54	L18	0.633	0.27
L04	0.439	-1.25	L19	0.620	0.16
L05	2.360	13.77 §	L20	0.798	1.56
L06	0.552	-0.37	L21	0.470	-1.01
L07	0.571	-0.22	L22	0.999	3.13 §
L08	0.596	-0.02	L23	0.806	1.62
L09	3.380	21.75 §	L25	0.537	-0.48
L10	0.397	-1.58	L26	0.516	-0.65
L11	0.429	-1.33	L27	0.539	-0.47
L12	0.560	-0.30	L29	0.332	<b>-2.09 *</b>
L13	4.700	32.07 §	L30	0.602	0.02
L14	0.662	0.49	L31	0.464	-1.06
结果数目		28			
中位数 ( $\mu\text{g/L}$ )		0.599			
标准化 IQR		0.1279			
稳健 CV (%)		21.35			
最大值 ( $\mu\text{g/L}$ )		4.70			
最小值 ( $\mu\text{g/L}$ )		0.332			
极差 ( $\mu\text{g/L}$ )		4.368			

注：\*表示  $2 < |Z| < 3$ ，为有问题结果；§表示  $|Z| \geq 3$  为不满意结果

表 A-3 B 样砷项目检测结果和评价

实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值	实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值
L40	24.60	-0.56	L55	25.800	0.56
L41	25.200	0.00	L56	24.800	-0.37
L42	24.300	-0.84	L57	24.300	-0.84
L43	26.600	1.30	L58	23.800	-1.30
L44	24.800	-0.37	L59	29.000	3.54 §
L45	26.800	1.49	L60	26.300	1.02
L46	25.800	0.56	L61	24.600	-0.56
L47	25.200	0.00	L62	24.300	-0.84
L48	22.100	<b>-2.88*</b>	L63	36.600	10.61 §
L49	6.140	-17.73 §	L64	24.600	-0.56
L50	25.500	0.28	L65	25.800	0.56
L51	25.600	0.37	L66	34.400	8.56 §
L52	25.400	0.19	L67	9.910	-14.22 §
L54	24.400	-0.74			
结果数目		27			
中位数 (μg/L)		25.20			
标准化 IQR		1.0749			
稳健 CV (%)		4.27			
最大值 (μg/L)		36.60			
最小值 (μg/L)		6.14			
极差 (μg/L)		30.46			

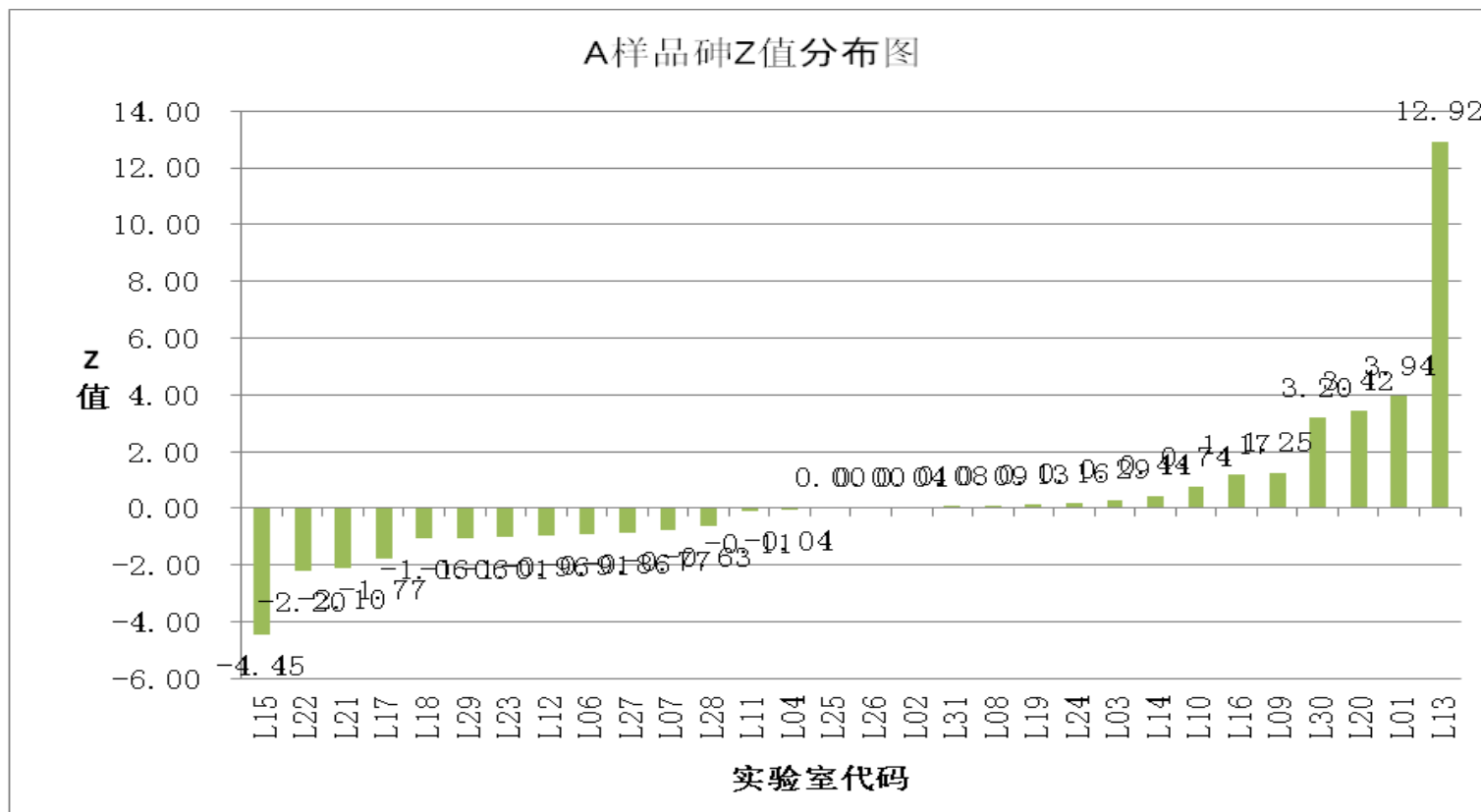
注：\*表示  $2 < |Z| < 3$ ，为有问题结果；§表示  $|Z| \geq 3$  为不满意结果

表 A-4 B 样汞项目检测结果和评价

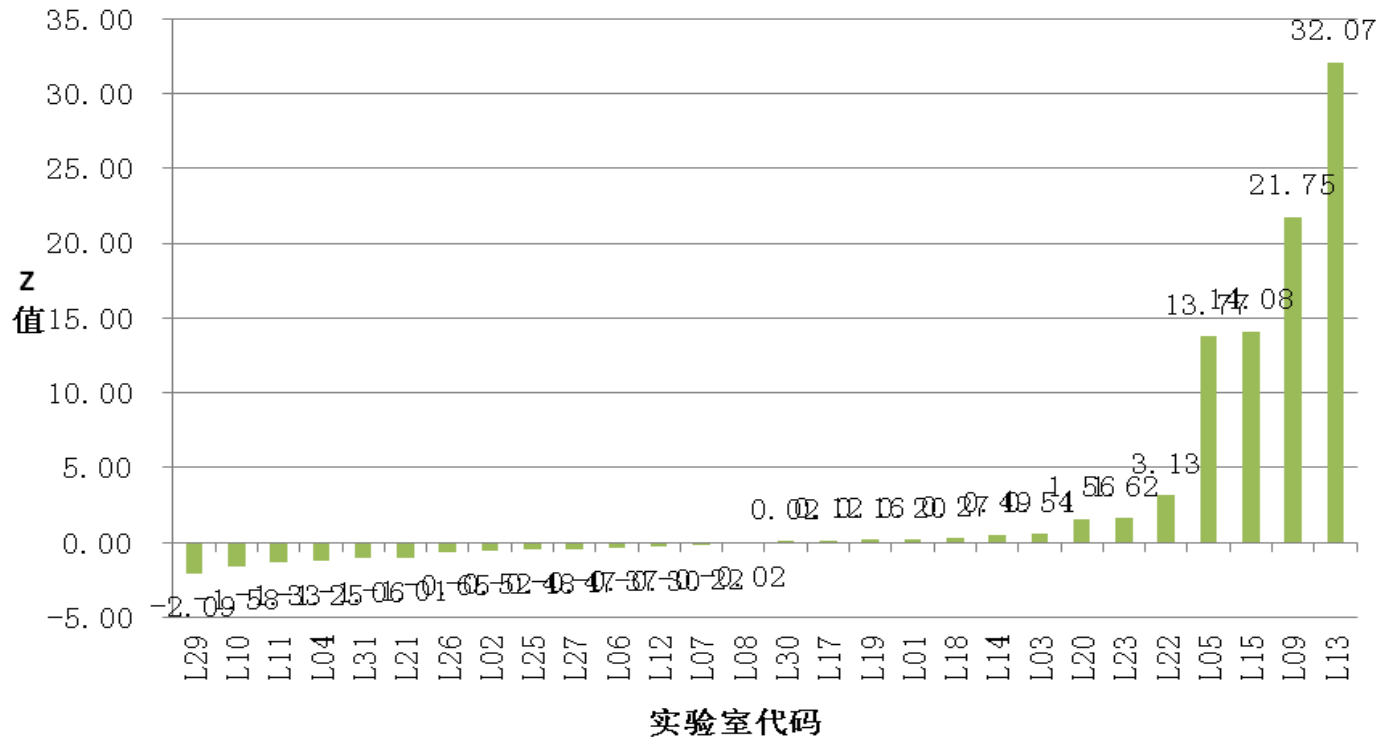
实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值	实验室代码	结果 (μg/L)	Z 值
L40	6.24	19.62 §	L54	3.040	0.00
L41	4.320	7.85 §	L55	3.280	1.47
L42	3.100	0.37	L56	3.180	0.86
L43	2.960	-0.49	L57	3.040	0.00
L44	3.060	0.12	L58	2.340	-4.29 §
L45	2.850	-1.17	L59	2.880	-0.98
L46	3.120	0.49	L60	3.040	0.00
L47	3.140	0.61	L61	3.100	0.37
L48	3.030	-0.06	L62	3.120	0.49
L49	2.500	-3.31 §	L63	3.040	0.00
L50	2.470	-3.50 §	L64	2.910	-0.80
L51	3.300	1.59	L65	2.570	<b>-2.88 *</b>
L52	3.120	0.49	L66	2.890	-0.92
L53	4.860	11.16 §	L67	2.940	-0.61
结果数目		28			
中位数 (μg/L)		3.04			
标准化 IQR		0.1631			
稳健 CV (%)		5.37			
最大值 (μg/L)		6.24			
最小值 (μg/L)		2.34			
极差 (μg/L)		3.90			

注：\*表示  $2 < |Z| < 3$ ，为有问题结果；§表示  $|Z| \geq 3$  为不满意结果

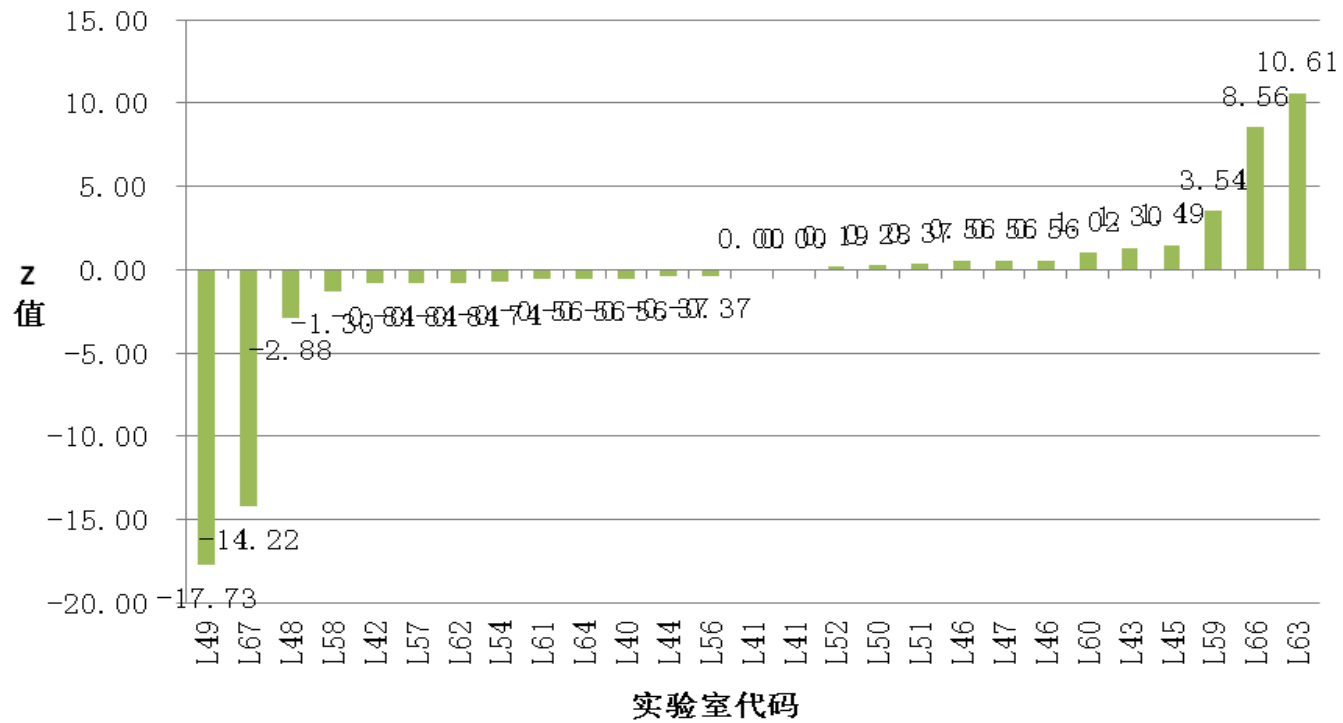
附录 B: 实验室 Z 值柱状图



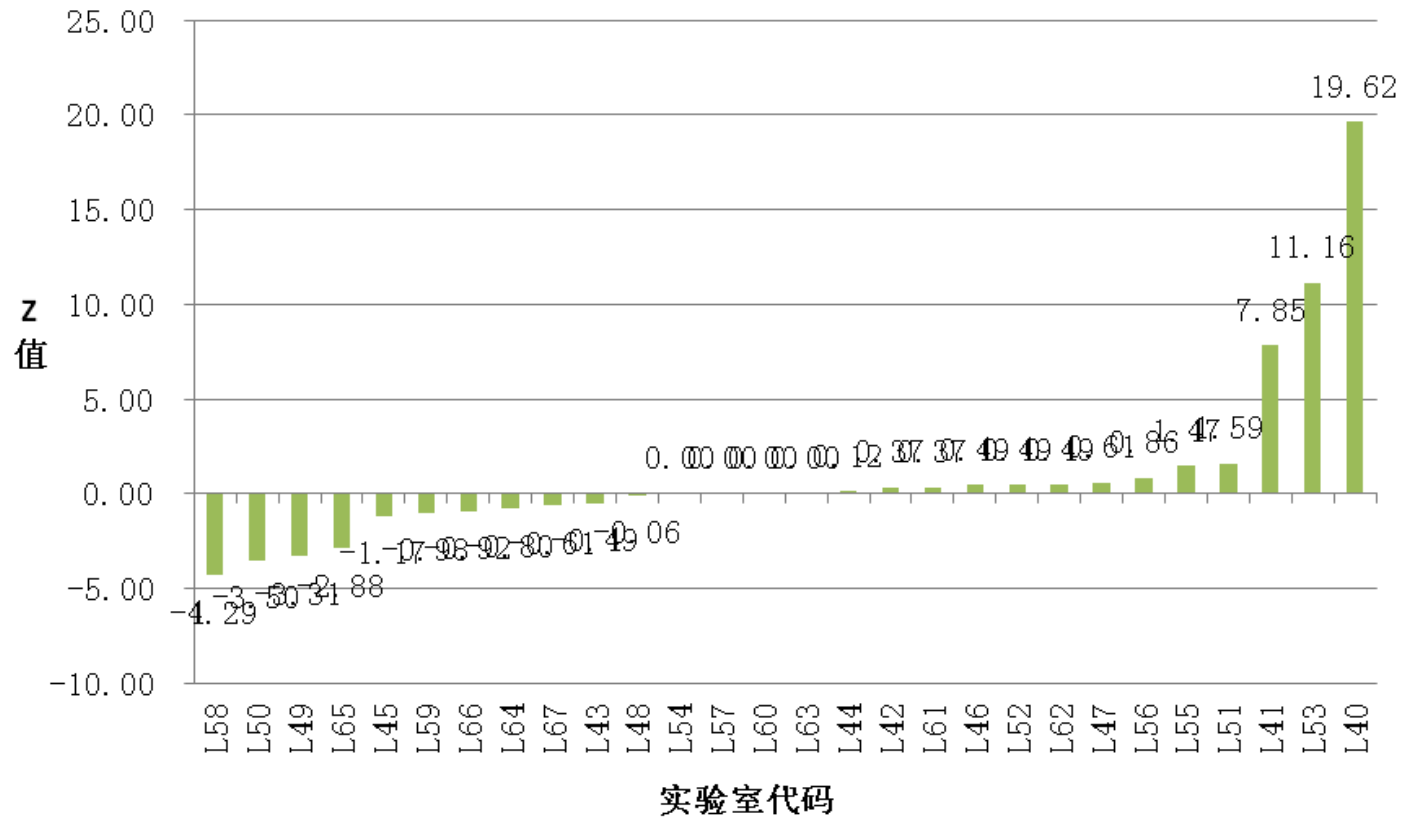
A样品汞Z值分布图



B样品砷Z值分布图



B样品汞Z值分布图



## 茶叶中镉、铁含量的测定

### 能力验证技术方案

#### 一、目的

1. 加强实验室资质认定证后监管，维护检验市场秩序。

2. 识别取证实验室的检验能力，促进取证实验室不断提高检验技术水平。

#### 二、依据

##### 1. 工作依据

CNAS-GL02 《能力验证结果的统计处理和评价指南》

CNAS-GL03 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》

GB/T28043-2011 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》

##### 2. 检验依据

GB5009.15-2014 《食品安全国家标准 食品中镉的测定》

GB5009.90-2016 《食品安全国家标准 食品中铁的测定》

#### 三、程序

##### 1、参加单位的确定

自治区境内取得食品检验计量认证资质的实验室，总计约 80 家。

##### 2、样品的选择与制备

采用市售 3 种不同产地的茯砖茶，每种分别经粉碎，过 100 目筛后烘干混匀，分装于样品瓶中，每份样品重约 12g。制得的 3 组试样分别为试样 1、试样 2、试样 3，对这些样品加贴标签，注明样品随机编号。



选取 3 组样品中的 2 组作为初测试样，每个参加单位分发一个样品；对于初测结果为不满意的检测机构，将派发另一组试样进行复测。

### 3、样品均匀性检验

试样的均匀性、稳定性测定，从制备的 3 组中分别抽取，制备的测试样品在发放前置于干燥器内，室温条件下储存。随机从抽取 3 组样品各 10 份，镉依据 GB5009.15-2014 进行检验，每个样品在相同条件下平行测试 2 次，铁依据 GB5009.90-2016 进行检验。

采用单因子方差分析法对检验结果进行统计处理，若  $F < F_{0.05}(9, 10)$ ，则样品均匀。

### 4、样品的稳定性检验

在进行样品稳定性检测时，从用于均匀性检测的样品中抽出 6 份样品进行稳定性检验，采用 t 检验法评定样品稳定性，将稳定性检验结果分别与均匀性检验数据进行比较，若  $t < t_{0.05}$ ，则样品稳定。

### 5、试样的发放和确认

承担单位向参加能力验证的机构随机发放试样 1 或试样 2（数量大致相同）。样品编号粘贴于瓶身。样品到达参加实验室后，将其于室温避光保存，并于收到样品之日起规定时间内完成测试，一旦打开样品，应立即测试，以免影响检测结果。

参加机构收到样品时，应首先对样品状态进行确认，填写《被测样品接收状态确认表》，并立即发送至项目承担单位。如发现包装破损或有泄漏污染等无法测试的情况，应立即与项目承担单位联系。

## 6、检验项目和检验方法

序号	检验项目	检验方法
1	镉	GB5009.15-2014《食品安全国家标准 食品中镉的测定》
2	铁	GB5009.90-2016《食品安全国家标准 食品中铁的测定》

## 7、统计方法及评价原则

### 7.1 统计方法

本次能力验证统计分析采用稳健（Robust）技术处理，即采用稳健统计的中位值作为指定值，标准化 IQR 为变动性度量值（目标标准偏差），计算各实验室结果的 Z 比分数（Z 值）。

本次能力验证中，对实验室的检测结果按下式计算 Z 值：

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

式中：x-实验室检测结果；

X-指定值；

$\sigma$ -变动性度量值（目标标准偏差）。

本次能力验证涉及的统计量有结果数、中位值、标准化 IQR、稳健的变异系数（ $C_v$ ）、最小值、最大值和极差等。

### 7.2 评价原则

1) 以 Z 比分数评价每个参加单位的检验结果，即：

$|Z| \leq 2$  为满意结果

$2 < |Z| < 3$  为有疑问结果（可疑值）

$|Z| \geq 3$  为不满意结果（离群值）

2) 对本次能力验证结果评价中出现的有疑问结果（可疑值），由检测机构自行分析原因、制定纠正措施、留存整

改材料。出现不满意结果的实验室需查找原因，采取纠正措施，进行整改，并将整改材料报项目承担单位。

## 8、结果处理

承担单位负责结果的统计汇总，编制能力验证评价报告，报自治区质量技术监督局认监处审批后发布。

## 四、工作进度安排

工作阶段	工作内容	时间
一、准备阶段	1、确定验证实验工作方案 参加单位：自治区质量技术监督局认监处、自治区产品质量监督检验研究院等。	8月20日前
	2、制备检验样品 承担单位：自治区产品质量监督检验研究院	9月10日前
	3、样品的均匀性检验	9月20日前
	4、样品的稳定性检验	9月25日前
二、布署阶段	1、发文通知 自治区质量技术监督局认监处向参加单位发文，通知验证实验有关工作，要求其做好验证实验准备。	9月30日前
	2、样品发放和确认 自治区产品质量监督检验研究院按区局文件要求分发检验样品。	10月9-12日前发放试样
三、检验阶段	参加单位进行检测，上报检验结果。	10月23日前上报结果
四、样品复测	对上报检测结果不满意（可疑）数据的参加单位，进行样品复测。	10月30日前完成复测样品发放，11月12日上报复检结果
五、统计汇总阶段	对上报检测结果进行统计分析，并进行评价。	11月20日前
六、总结反馈阶段	1 分析误差原因，提出解决措施，编制能力验证结果分析评价报告。	11月30日前
	2、自治区质量技术监督局认监处通报本次能力验证实验工作情况，提出后处理措施。	
区局认监处 审批意见		年 月 日

## 五、项目组联系方式

计划负责人：阳胜 联系电话：0991-3191175/13699993100

传真：0991-3191175 Email: 1622393963@qq.com

技术专家：薛海燕 联系电话：0991-3171217/13999916219

传真：0991-3191175 Email: 1654104309@qq.com

统计专家：王磊 联系电话：0991-3191171/13609910889

传真：0991-3191175 Email: wangleimoon@163.com

计划联络人：王磊 刘凤霞

联系电话：0991-3191171/15899106707

传真：0991-3191175 Email: 2291906171@qq.com

附件 1:

## 茶叶中镉、铁含量的测定 能力验证作业指导书

为茶叶中镉、铁含量的测定能力验证实验工作的一致性，请各实验室按以下要求开展工作。

### 一、样品接收及保存

1、本次能力验证实验样品均用样品瓶封装，每份样品重约 12g，样品瓶粘贴有样品编号。

2、根据有关准则和评价要求，样品已通过均匀性和稳定性检验。

3、实验室在接收样品时，请务必做好相应检查，填写《被测样品接收状态确认表》。如发现包装破损等情况时，请及时与承担单位联系。

4、样品常温运输，实验室开封后请立即进行测试，避免样品变质影响最终测试结果。

### 二、检验项目及检验方法

1、镉 GB5009.15-2014《食品安全国家标准 食品中镉的测定》

2、铁 GB5009.90-2016《食品安全国家标准 食品中铁的测定》

### 三、结果上报

1、请严格按《茶叶中镉、铁能力验证实验结果报告单》格式和要求填报检测结果，以便于承担单位及时对结果进行统计分析。

2、请各参加单位在收到样品后规定时间内完成检测并将《茶叶中镉、铁含量测定能力验证结果报告单》以电子邮件发至承担单位，并将纸质版原件及**测试原始记录**邮寄至承担单位。对未按时上报结果和上报结果不符合要求的单位，其能力验证结果将视为不满意。

3 对未按时上报结果和上报结果不符合要求的单位，其能力验证结果将视为不满意。

#### 四、统计方法及评价原则

##### 1、统计方法

本次能力验证统计分析采用稳健（Robust）技术处理，即采用稳健统计的中位值作为指定值，标准化 IQR 为变动性度量值（目标标准偏差），计算各实验室结果的 Z 比分数（Z 值）。

本次能力验证中，对实验室的检测结果按下式计算 Z 值：

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

式中：x-实验室检测结果；

X-指定值；

$\sigma$ -变动性度量值（目标标准偏差）。

本次能力验证涉及的统计量有结果数、中位值、标准化 IQR、稳健的变异系数（ $C_v$ ）、最小值、最大值和极差等。

##### 2、评价原则

1) 以 Z 比分数评价每个参加单位的检验结果，即：

$|Z| \leq 2$  为满意结果

$2 < |Z| < 3$  为有疑问结果（可疑值）

$|Z| \geq 3$  为不满意结果（离群值）

2) 对本次能力验证结果评价中出现的有疑问结果(可疑值), 由检测机构自行分析原因、制定纠正措施、留存整改材料。出现不满意结果的实验室需查找原因, 采取纠正措施, 进行整改, 并将整改材料报项目承担单位。

## 五、保密

1、严禁实验室相互串通检验结果, 或上报其他实验室的检验结果。对弄虚作假的实验室, 经查证属实的, 其提交的检验结果按不满意结果处理。

2、承担单位对参加实验室的上报结果严格保密, 所有结果信息由自治区质量技术监督局认监处批准发布。

## 六、联系方式

承担单位: 新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

联系人及邮寄人: 王磊 阳胜

邮 箱: XJZJY2017PT@163.com

电 话: 0991-3191171, 0991-319175

项目技术人员: 薛海燕

电 话: 0991-3191219

邮寄地址: 乌鲁木齐市河北东路 188 号新疆质检院

邮政编码: 830011

注意:

1、收到样品后, 请仔细填写样品检查确认记录, 如有疑问请与样品发放人联系,

2、参加机构务必在规定时间内(11月27日), 将电子版结果报告单发送至邮箱 XJZJY2017PT@163.com; 并将纸质版结果报告单及测试原始记录用快件寄至承担单位

## 附件 2

## 茶叶能力验证项目测试结果报告单

实验室名称：

(实验室盖章处) 测试时间

项目名称		茶叶中镉、铁含量的测定	
样品编号			
测试结果		平行试验 1#	平行试验 2#
	镉	结果, mg/kg	
		平均值, (结果保留三位有效数字)	
	铁	结果, mg/kg	
平均值 (结果保留三位有效数字)			
测试方法	项目	镉	铁
	本次使用的测试方法名称		
	检测方法是否为实验室常用方法	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否
	使用的仪器设备名称		
	使用质控标准物质情况 (如使用) 标物编号/提供者		
测试过程中出现的问题或异常现象:			
		实验室负责人 (签字):	
		实验室 (盖章):	
		年    月    日	
备注: 1、务必将电子版结果报告单发送至 XJZJY2017PT@163.com, 并将纸质版结果报告单及测试原始记录用快件寄至承办单位			
2、发送的电子版结果报告单文件名: 茶叶-样品编号-结果报告单。			

## 附件 3

## 被测样品接收状态确认表



项目名称	茶叶中镉、铁含量的测定	样品编号	
电话	0991-3191171/ 3191175	Ema11	XJZJY2017PT@163.com
收到日期	2017年 月 日	联系人	王磊/刘凤霞
收到样品状态	完好 <input type="checkbox"/> 不完好 <input type="checkbox"/>	发送人	王磊/刘凤霞
接收实验室名称: 联系地址: 邮编: 联系电话/手机/Ema11: 联系人:			
		接收人签名:	
接收日期: 接收时, 被测物品状态是否良好: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否			
如需要, 对接收状态的详细说明:			
注: 1、请实验室于收到样品当日完将本确认表发送至 XJZJY2017PT@163.com。若收到邮件自动回复, 则无需电话确认。 2、发送 Ema11 电子文件名: 茶叶-样品编号-样品确认表			