

江苏省市场监督管理 2024 年能力验证项目 酱油中铅含量测定能力验证计划结果报告

编号：JSFPC-2024JY-012

江苏食品药品职业技术学院食品药品研究院

二〇二四年八月

组织机构：江苏省市场监督管理局

实施机构：江苏食品药品职业技术学院

技术专家：李媛、徐佳佳、马宇春、张小龙、周玉春、何健

统计专家：迟恒

报告批准人：焦宇知

批准人职位：最高管理者/副校长

项目负责人：何健、焦宇知

报告撰写人：贝红霞

地 址：江苏省淮安市高教园区枚乘路4号

联 系 人：贝红霞

邮 箱：563161041@qq.com

编制人：贝红霞

审核人：何健

批准人：焦宇知

日期：2024-08-30

日期：2024-08-30

日期：2024-08-30

目 录

1 前言	1
2 本次计划特点	1
2.1 计划目的和意义	1
2.2 实验室范围和数量	1
2.3 时间进度	2
2.4 计划要求	2
2.5 样品描述	2
2.6 保密性要求	3
3 统计分析的设计	3
4 能力评价原则	5
5 统计处理结果及能力评价	5
5.1 实验室检测结果统计	5
5.2 实验室统计结果和能力评定	6
6 技术分析和技术建议	7
6.1 检测标准	7
6.2 技术分析及建议	7
附录 A 实验室的检测结果和统计处理	9
附录 B 样品的制备	42
附录 C 样品均匀性/稳定性检验报告	43
附录 D 其它相关文件	48
附录 E 参考文献	54

1 前言

酱油中铅含量测定能力验证计划由江苏省市场监督管理局组织，江苏食品药品职业技术学院食品药品研究院实施（详见江苏省市场监督管理局文件 苏市监检测[2024]126号 省市场监管局关于开展2024年检验检测机构能力验证工作的通知）。

本报告是对江苏省市场监督管理局2024年能力验证项目“酱油中铅含量测定”（编号：JSFPC-2024JY-012）能力验证计划的总结，即能力验证计划最终结果报告，由江苏食品药品职业技术学院负责起草、审核并批准发布。

能力验证的整个过程严格按照CNAS-CL03:2010《能力验证提供者认可准则》的体系要求运行，样品的均匀性、稳定性评价按照CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》要求进行，统计分析按照CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》、GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》要求进行。

本次能力验证计划依据CNAS-CL03:2010的要求实施，客观、公正、科学地评价参加实验室的能力，出具结果报告。关于能力验证结果利用及不满意结果的纠正措施等相关政策和要求参见CNAS RL02:2023《能力验证规则》。

2 本次能力验证计划特点

2.1 计划目的和意义

本次能力验证计划的目的是了解江苏省内各参加实验室酱油中铅含量的检测能力和水平，发现并识别实验室间存在的差异。参试实验室通过此次能力验证活动可以了解其检测技术能力，促进各参试实验室在该类检测项目检测能力的不断提高，对于提高实验室的检测技术水平具有十分重要的意义。

2.2 实验室范围和数量

本次能力验证计划共计有 184 家实验室报名参加，涉及企业实验室、民营检测机构、疾控中心、食品药品检验、产品质量监督等单位，最终 184 家实验室报送了结果。统计最终报送结果的 184 家实验室，183 家均为已获实验室认可/资质认定的实验室，占报告结果实验室总数的 99.5%。

2.3 时间进度

本次能力验证计划 2024 年 06 月开始进行方案设计，2024 年 07 月初向相关实验室发邀请函，2024 年 07 月 26 日向实验室分发能力验证样品，2024 年 08 月 10 日前回收实验室检测结果，随后对结果进行汇总、分析、发放结果通知单，2024 年 08 月下旬完成并发布最终结果报告。本次能力验证结果的统计分析和技术分析均在计划小组的统计专家和技术专家指导下完成。

2.4 计划要求

本次能力验证计划为酱油中铅含量测定能力验证计划。能力验证样品制备、均匀性和稳定性测试评价由江苏食品药品职业技术学院实施（见附录 B、B-1 和 B-2）。测试结果表明样品均匀性、稳定性良好，可以用于能力验证样品发放。

本次能力验证样品推荐按照以下方法进行测试：

GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》

GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》

SN/T 4888-2017 《出口高盐食品中铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法》

2.5 样品描述

本次能力验证共制备了 5 组不同浓度值样品。本次能力验证样品为黑色液体状，采用棕色玻璃西林瓶密封包装，每份样品约 18g。样品标识贴于外包装上，“24-PXXX”、“24-MXXX”、“24-NXXX”和“24-TXXX”为样品的编号。其中尾号“XXX”代表 3 位随机数字，每份样品的标识均具有唯一性。



图 1 样品包装及标签

2.6 保密性要求

出于保密需要，计划中对每家实验室（参加者）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。

实验室（参加者）向能力验证提供者提供的所有信息都视为保密信息。除向组织单位反馈信息外，实施机构对实验室（参加者）的相关信息保密，没有实验室（参加者）的书面同意，不得向第三方泄露。

3 统计分析的设计

本次能力验证计划向每家实验室 5 组不同浓度值样品，其中 2 组为统计样品（B 样、C 样），3 组为干扰样品，最终统计结果以统计样的实际测试平均值进行统计。

表 1 考核样预期的目标值（以实际测试为准）

项目参数	目标浓度值/(mg/kg)
铅	0~2.0

本次能力验证计划共计有 184 家实验室参加，将 184 家实验室代码统一从 001~187 随机编号。

本次能力验证计划是按照 GB/T 28043-2019 《利用实验室间比对进行能力验证

的统计方法》，采用稳健统计分析方法获得结果的稳健平均值和稳健标准差，同时给出能力验证结果指定值的不确定度，供各实验室参考。

数据处理和采用的统计分析、判定原则

1) 稳健平均值 x^* 和稳健标准差 s^* 初始值的计算

有 p 个数，按从小到大顺序排列： $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$

用 x^* 和 s^* 代表稳健平均值和稳健标准差，计算 x^* 和 s^* 的初始值（ med 表示中位数）：

$$x^* = med x_i \quad (i=1,2,\dots,p)$$

$$s^* = 1.483 \times med |x_i - x^*| \quad (i=1,2,\dots,p)$$

2) 对 x^* 和 s^* 的修正

计算 $\delta = 1.5 s^*$

对于每个 $x_i (i=1, 2, \dots)$ 计算如下：

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{介于两者之间} \end{cases}$$

由下式计算 x^* 和 s^* 的新值：

$$x^* = \sum x_i^* / p$$

$$s^* = 1.134 \times \sqrt{\sum (x_i^* - x^*)^2 / (p-1)}$$

稳健平均值 x^* 和 s^* 通过迭代计算得出。如用校正后的数据对 x^* 和 s^* 进行多次修正，直到迭代后稳健标准差 s^* 的第三位有效数字和稳健平均值 x^* 对应的数字没有变化为止。

3) 稳健平均值不确定度的计算

稳健平均值 x^* 是对中位值的修正，如测试结果完全符合正态分布，则 x^* 为测试结果的中位值；其标准不确定度为：

$$u_x = 1.25 \times s^* / \sqrt{p}$$

式中： s^* — 稳健标准差

p —参加能力验证的实验室数量。

4) 用 z 比分数评价实验室的能力

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

其中 x 为参加者结果；

X 为指定值，即为上述稳健平均值 x^* ；

$\hat{\sigma}$ 为能力评定标准差。

本次能力验证计划涉及的统计量有结果数、指定值、能力评定标准差 $\hat{\sigma}$ 、指定值 X 的不确定度、变异系数 (CV)、最小值、最大值和极差，各统计量的意义及相关计算方法可参见 CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》和 GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》。

4 能力评价原则

4.1 本次能力验证计划对实验室结果的评价原则：

$|z| < 3.0$ 为满意； $|z| \geq 3.0$ 为不满意。

为了便于每个实验室与其他实验室的能力进行比较，本次能力验证在报告中提供 z 比分数柱状图（附录 A-2）。在 z 比分数柱状图中每一个柱条顶端标有代表该实验室的代码。实验室可通过该图将其能力与其他参加实验室进行比较。

4.2 综合判定原则

本次能力验证计划依据 4.1 的判定流程进行，综合判定原则见下表。

最终结论	判定原则
满意	酱油中铅项目的测试结果评定均满足 $ z < 3.0$
不满意	酱油中铅项目测试结果评定出现 $ z \geq 3.0$

5 统计处理结果及能力评价

5.1 实验室检测结果统计

对实验室报送的数据进行了统计处理，实验室检测结果和统计处理数据见附录 A-2、表 2、表 3 和表 4。

表2 稳健统计算法A定值计算及分析结果汇总表

测试项目	B 样	C 样
结果数/(个)	99	85
指定值/(mg/kg)	0.44	0.63
能力评定标准差/(mg/kg)	0.03	0.04
指定值的不确定度/(mg/kg)	0.0038	0.0054
CV/(%)	6.82	6.35
最小值/(mg/kg)	0.28	0.38
最大值/(mg/kg)	0.54	0.89
极差/(mg/kg)	0.26	0.51

5.2 实验室统计结果和能力评定

本次能力验证计划实验室统计结果和能力评定情况见表 3 和表 4。

表 4 能力验证最终结果汇总表

结果类别	参加代码	合计	比例/(%)
满意	001、002、003、004、006、007、008、009、010、011、012、013、014、015、016、017、018、019、020、021、022、023、024、025、026、027、028、029、030、031、033、034、035、036、037、038、039、040、041、042、043、044、045、046、047、048、049、050、051、053、054、055、056、058、059、060、061、062、064、065、066、067、068、069、070、071、072、073、074、075、076、077、078、079、080、081、083、084、085、086、087、088、089、090、091、092、093、094、095、096、098、099、100、102、103、104、105、106、107、108、109、111、112、113、114、115、116、117、118、119、120、121、122、123、124、125、126、127、128、129、130、132、133、134、135、136、137、138、139、140、142、144、145、146、147、148、149、150、151、152、153、154、155、156、157、160、162、163、164、165、166、170、171、172、173、174、175、176、177、178、179、180、181、182、183、184、185、186、187	169	91.8

结果类别	参加代码	合计	比例/(%)
不满意	005、032、052、057、063、082、101、110、141、143、 158、159、161、168、169	15	8.2

6 技术分析和技术建议

6.1 检测标准

对本次能力验证 184 家实验室采用的检测标准进行统计分析，本次能力验证 100 家实验室使用了标准 GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法石墨炉原子吸收光谱法、84 家实验室使用了标准 GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法电感耦合等离子体质谱法（同 GB5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法电感耦合等离子体质谱法）检测方法。

表 5 检测方法汇总表

项目	测定方法	结果数 (个)	满意结果数 (个)	满意率 (%)
铅	GB5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法石墨炉原子吸收光谱法	100	89	89.0
	GB5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法电感耦合等离子体质谱法（同 GB5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法电感耦合等离子体质谱法）	84	81	96.4

6.2 技术分析及建议

影响检测结果准确性的因素有人员、设备、使用的试剂、耗材、环境条件、所采用的方法等。检测过程中要严格控制实验条件，保证使用的仪器处于良好的工作状态，使用的标准溶液按照标准要求配制，特别是测试人员要具备相应的能力。通过对各实验室反馈的实验室原始记录的分析，排除偶然随机因素，测试过程需要注意以下几个问题，供实验室参考：

- a. 标准物质的影响：检测过程中，标准溶液配制应防止污染，尽量和样品溶

液的基体一致，使用有效期内且按照要求保存的有证标准物质绘制校准曲线，保证测试结果准确、可溯源。

b. 样品消解过程中提取不完全，或有损失造成结果偏低。消解后赶酸（若需）时应避免污染、赶干或溶液溅出损失。

c. 实验室操作人员应认真仔细阅读能力验证作业指导书，熟悉检测标准，严格按照检测方法的要求对样品中的被测元素进行检测。

d. 检测过程中做好质量控制，包含但不限于平行空白、平行质控样、基体加标回收等方式，来监测整个实验过程是否有系统性的偏差。

e. 使用铅固相萃取柱前应开展柱性能（柱容量、回收率等）的验证

对于个别实验室出现的离群结果，可能存在的原因分析如下：

a. 样品消解不完全。

b. 标准曲线浓度不准确或标准曲线未能选择合适的浓度范围，样品上机测试溶液的浓度建议在曲线的中间段，这样能够准确定量，避免标准曲线范围不合适造成的定量结果偏离。

c. 试剂纯度不够，样品空白较高。

d. 使用的消解器皿和玻璃器皿未用酸浸泡，清洗干净，可能存在污染。

e. 缺少相应的质控方式，确保测试结果的准确性。

f. 使用性能差或未经验证的铅固相萃取柱。

g. 样品溶液过柱时未控制好 pH 值。

h. 样品溶液直接检测时（不过柱）没有妥善控制盐度或酸度的基质干扰。

附录

附录 A 实验室的检测结果和统计处理

A-1 实验室的检测结果和统计处理

表A-1 B组检测结果和统计数据表

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
001	24-P197	0.42	-0.67	满意	001	24-M235	0.22	-1.00	/
002	24-M288	0.47	1.00	满意	002	24-P102	0.24	0.00	/
003	24-M285	0.46	0.67	满意	003	24-M234	0.24	0.00	/
004	24-P161	0.50	2.00	满意	004	24-M228	0.26	1.00	/
005	24-P176	0.35	-3.00	不满意	005	24-M236	0.14	-5.00	/
006	24-M272	0.47	1.00	满意	006	24-M227	0.24	0.00	/
007	24-P185	0.48	1.33	满意	007	24-M204	0.27	1.50	/
008	24-M298	0.44	0.00	满意	008	24-P103	0.23	-0.50	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
009	24-P182	0.45	0.33	满意	009	24-M229	0.23	-0.50	/
010	24-M269	0.41	-1.00	满意	010	24-M222	0.22	-1.00	/
011	24-M290	0.43	-0.33	满意	011	24-M206	0.28	2.00	/
012	24-M297	0.40	-1.33	满意	012	24-M226	0.20	-2.00	/
013	24-P175	0.36	-2.67	满意	013	24-M216	0.20	-2.00	/
014	24-M253	0.44	0.00	满意	014	24-P113	0.23	-0.50	/
015	24-M292	0.41	-1.00	满意	015	24-M223	0.29	2.50	/
016	24-M289	0.42	-0.67	满意	016	24-P112	0.22	-1.00	/
017	24-M287	0.47	1.00	满意	017	24-P114	0.24	0.00	/
018	24-P193	0.42	-0.67	满意	018	24-P104	0.21	-1.50	/
019	24-P152	0.43	-0.33	满意	019	24-P124	0.23	-0.50	/
020	24-P198	0.42	-0.67	满意	020	24-P123	0.23	-0.50	/
021	24-P179	0.47	1.00	满意	021	24-N191	0.68	1.25	/
022	24-P188	0.48	1.33	满意	022	24-T150	0.69	1.50	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
023	24-P178	0.45	0.33	满意	023	24-T106	0.62	-0.25	/
024	24-P189	0.43	-0.33	满意	024	24-N198	0.65	0.50	/
025	24-P156	0.45	0.40	满意	025	24-T114	0.65	0.55	/
026	24-M258	0.45	0.33	满意	026	24-T131	0.64	0.25	/
027	24-P159	0.44	0.00	满意	027	24-T105	0.67	1.00	/
028	24-P194	0.42	-0.67	满意	028	24-N197	0.62	-0.25	/
029	24-M259	0.42	-0.67	满意	029	24-T148	0.62	-0.25	/
030	24-M256	0.43	-0.33	满意	030	24-N186	0.61	-0.50	/
031	24-M257	0.42	-0.67	满意	031	24-T104	0.63	0.00	/
032	24-P153	0.33	-3.67	不满意	032	24-N196	0.60	-0.75	/
033	24-P180	0.48	1.33	满意	033	24-T113	0.81	4.50	/
034	24-P200	0.46	0.67	满意	034	24-T115	0.66	0.75	/
035	24-P173	0.41	-1.00	满意	035	24-T132	0.61	-0.50	/
036	24-M262	0.49	1.67	满意	036	24-T141	0.70	1.75	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
037	24-M296	0.46	0.67	满意	037	24-N187	0.66	0.75	/
038	24-P155	0.46	0.67	满意	038	24-T130	0.67	1.00	/
039	24-M293	0.47	1.00	满意	039	24-T103	0.66	0.75	/
040	24-M251	0.45	0.33	满意	040	24-N195	0.64	0.25	/
061	24-P165	0.42	-0.67	满意	061	24-M217	0.22	-1.00	/
062	24-P169	0.46	0.67	满意	062	24-M214	0.26	1.00	/
063	24-M252	0.54	3.33	不满意	063	24-M205	0.35	5.50	/
064	24-P187	0.41	-1.00	满意	064	24-M218	0.22	-1.00	/
065	24-P199	0.43	-0.33	满意	065	24-M219	0.23	-0.50	/
066	24-M301	0.44	0.00	满意	066	24-M211	0.23	-0.50	/
067	24-M291	0.41	-1.00	满意	067	24-M202	0.24	0.00	/
068	24-P166	0.40	-1.33	满意	068	24-M225	0.23	-0.50	/
069	24-M261	0.46	0.67	满意	069	24-M209	0.23	-0.50	/
070	24-P184	0.42	-0.67	满意	070	24-M208	0.23	-0.50	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
071	24-P160	0.48	1.33	满意	071	24-M224	0.26	1.00	/
072	24-P171	0.43	-0.33	满意	072	24-M238	0.22	-1.00	/
073	24-P195	0.42	-0.67	满意	073	24-M233	0.22	-1.00	/
074	24-M286	0.44	0.00	满意	074	24-M232	0.23	-0.50	/
075	24-M281	0.49	1.67	满意	075	24-M220	0.27	1.50	/
076	24-P190	0.46	0.67	满意	076	24-M240	0.26	1.00	/
077	24-M260	0.43	-0.33	满意	077	24-M237	0.23	-0.50	/
078	24-P186	0.43	-0.33	满意	078	24-M212	0.24	0.00	/
079	24-P177	0.47	1.00	满意	079	24-M231	0.29	2.50	/
080	24-P196	0.45	0.33	满意	080	24-M239	0.24	0.00	/
101	24-M300	0.30	-4.67	不满意	101	24-T151	0.66	-2.00	/
102	24-P168	0.51	2.33	满意	102	24-N102	0.89	0.88	/
103	24-P191	0.45	0.33	满意	103	24-N136	0.85	0.38	/
104	24-M276	0.47	1.00	满意	104	24-T192	0.90	1.00	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
105	24-P192	0.38	-2.00	满意	105	24-N137	0.77	-0.62	/
106	24-P157	0.42	-0.67	满意	106	24-N118	0.87	0.63	/
107	24-P162	0.51	2.33	满意	107	24-N114	0.92	1.25	/
108	24-M284	0.46	0.67	满意	108	24-T159	0.90	1.00	/
109	24-M299	0.40	-1.33	满意	109	24-T181	0.76	-0.75	/
110	24-P164	0.33	-3.67	不满意	110	24-T184	0.67	-1.88	/
111	24-M275	0.41	-1.00	满意	111	24-T170	0.80	-0.25	/
112	24-M273	0.42	-0.67	满意	112	24-N131	0.81	-0.12	/
113	24-M264	0.44	0.00	满意	113	24-N101	0.89	0.88	/
114	24-P163	0.49	1.67	满意	114	24-T168	0.90	1.00	/
115	24-M294	0.45	0.33	满意	115	24-T160	0.71	-1.38	/
116	24-P181	0.46	0.67	满意	116	24-N139	0.89	0.88	/
117	24-M277	0.40	-1.33	满意	117	24-N143	0.81	-0.12	/
118	24-P154	0.48	1.33	满意	118	24-N138	0.66	-2.00	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
119	24-M282	0.45	0.33	满意	119	24-T152	0.65	-2.13	/
120	24-M254	0.43	-0.33	满意	120	24-N144	0.64	-2.25	/
161	24-N240	0.28	-5.33	不满意	161	24-N130	0.47	-4.38	/
162	24-N237	0.44	0.00	满意	162	24-T153	0.89	0.88	/
163	24-N239	0.48	1.33	满意	163	24-N145	0.67	-1.88	/
164	24-N235	0.45	0.33	满意	164	24-T161	0.83	0.13	/
165	24-N236	0.47	1.00	满意	165	24-T169	0.88	0.75	/
166	24-N234	0.47	1.00	满意	166	24-T174	0.97	1.88	/
168	24-N231	0.30	-4.67	不满意	168	24-T193	0.60	-2.75	/
169	24-N230	0.30	-4.67	不满意	169	24-N121	0.60	-2.75	/
170	24-N238	0.43	-0.33	满意	170	24-N120	0.83	0.13	/
171	24-N224	0.44	0.00	满意	171	24-T200	0.85	0.38	/
172	24-N225	0.45	0.33	满意	172	24-N146	0.84	0.25	/
173	24-N222	0.47	1.00	满意	173	24-T154	0.90	1.00	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 B 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样, 不判定)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
174	24-N229	0.47	1.00	满意	174	24-T162	0.91	1.13	/
175	24-N223	0.42	-0.67	满意	175	24-T171	0.58	-3.00	/
176	24-M267	0.46	0.67	满意	176	24-T186	0.88	0.75	/
177	24-N226	0.44	0.00	满意	177	24-T195	0.88	0.75	/
178	24-N232	0.47	1.00	满意	178	24-T194	0.96	1.75	/
179	24-N221	0.39	-1.67	满意	179	24-N135	0.79	-0.37	/
180	24-N227	0.46	0.67	满意	180	24-N115	0.90	1.00	/

表 A-2 C 组检测结果和统计数据表

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
041	24-T112	0.55	-2.00	满意	041	24-N100	0.75	-0.87	/
042	24-T111	0.56	-1.75	满意	042	24-N106	0.74	-1.00	/
043	24-T102	0.60	-0.75	满意	043	24-N108	0.80	-0.25	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
044	24-T122	0.52	-2.75	满意	044	24-T196	0.66	-2.00	/
045	24-T121	0.62	-0.25	满意	045	24-T188	0.83	0.13	/
046	24-T120	0.63	0.00	满意	046	24-T177	0.85	0.38	/
047	24-T129	0.67	1.00	满意	047	24-N103	0.89	0.88	/
048	24-T128	0.64	0.25	满意	048	24-N105	0.89	0.88	/
049	24-T127	0.67	1.00	满意	049	24-N109	0.90	1.00	/
050	24-T110	0.55	-2.00	满意	050	24-T197	0.72	-1.25	/
051	24-T119	0.65	0.50	满意	051	24-T189	0.87	0.63	/
052	24-N194	0.48	-3.75	不满意	052	24-N104	0.67	-1.88	/
053	24-T101	0.65	0.50	满意	053	24-N113	0.88	0.75	/
054	24-N193	0.66	0.75	满意	054	24-T198	0.86	0.50	/
055	24-T109	0.68	1.25	满意	055	24-N110	0.92	1.25	/
056	24-T100	0.65	0.50	满意	056	24-N119	0.86	0.50	/
057	24-T126	0.38	-6.25	不满意	057	24-N107	0.69	-1.63	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
058	24-T118	0.66	0.75	满意	058	24-T199	0.88	0.75	/
059	24-T108	0.67	1.00	满意	059	24-T191	0.90	1.00	/
060	24-T117	0.65	0.50	满意	060	24-T190	0.89	0.88	/
081	24-T116	0.66	0.75	满意	081	24-T178	0.86	0.50	/
082	24-T139	0.51	-3.00	不满意	082	24-T172	0.68	-1.75	/
083	24-T123	0.66	0.75	满意	083	24-T179	0.86	0.50	/
084	24-T124	0.62	-0.25	满意	084	24-T173	0.81	-0.12	/
085	24-T125	0.69	1.50	满意	085	24-T164	0.90	1.00	/
086	24-N199	0.68	1.25	满意	086	24-T182	0.90	1.00	/
087	24-T134	0.64	0.25	满意	087	24-T165	0.84	0.25	/
088	24-T135	0.61	-0.50	满意	088	24-T156	0.82	0.00	/
089	24-T143	0.68	1.25	满意	089	24-N148	0.90	1.00	/
090	24-T136	0.53	-2.50	满意	090	24-T157	0.71	-1.38	/
091	24-T137	0.67	1.00	满意	091	24-N149	0.88	0.75	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
092	24-T107	0.68	1.25	满意	092	24-N140	0.92	1.25	/
093	24-N190	0.62	-0.25	满意	093	24-N141	0.84	0.25	/
094	24-N192	0.66	0.75	满意	094	24-T166	0.88	0.75	/
095	24-T138	0.68	1.25	满意	095	24-T158	0.87	0.63	/
096	24-T140	0.65	0.50	满意	096	24-N150	0.87	0.63	/
098	24-N160	0.67	1.00	满意	098	24-T180	0.89	0.88	/
099	24-T147	0.55	-2.00	满意	099	24-T183	0.80	-0.25	/
100	24-T145	0.62	-0.25	满意	100	24-T167	0.84	0.25	/
121	24-N169	0.65	0.50	满意	121	24-M278	0.45	0.33	/
122	24-T133	0.66	0.75	满意	122	24-P170	0.44	0.00	/
123	24-N179	0.60	-0.75	满意	123	24-P151	0.42	-0.67	/
124	24-N188	0.60	-0.75	满意	124	24-P174	0.40	-1.33	/
125	24-N178	0.61	-0.50	满意	125	24-M279	0.41	-1.00	/
126	24-N176	0.61	-0.50	满意	126	24-P167	0.42	-0.67	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
127	24-N168	0.64	0.25	满意	127	24-P172	0.44	0.00	/
128	24-N183	0.70	1.75	满意	128	24-P158	0.65	7.00	/
129	24-N189	0.63	0.00	满意	129	24-M270	0.44	0.00	/
130	24-N184	0.62	-0.25	满意	130	24-P183	0.43	-0.33	/
132	24-T142	0.65	0.50	满意	132	24-M271	0.44	0.00	/
133	24-N152	0.64	0.25	满意	133	24-M255	0.46	0.67	/
134	24-N181	0.65	0.50	满意	134	24-M263	0.45	0.33	/
135	24-N162	0.66	0.75	满意	135	24-M265	0.46	0.67	/
136	24-T146	0.66	0.75	满意	136	24-M268	0.46	0.67	/
137	24-N154	0.65	0.50	满意	137	24-M280	0.44	0.00	/
138	24-N161	0.61	-0.50	满意	138	24-M283	0.33	-3.67	/
139	24-N172	0.63	0.00	满意	139	24-M266	0.42	-0.67	/
140	24-N180	0.68	1.25	满意	140	24-M274	0.47	1.00	/
141	24-N151	0.42	-5.25	不满意	141	24-N207	0.23	-2.33	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
142	24-N155	0.60	-0.75	满意	142	24-N208	0.30	0.00	/
143	24-N156	0.42	-5.25	不满意	143	24-N204	0.22	-2.67	/
144	24-N153	0.63	0.00	满意	144	24-N209	0.29	-0.33	/
145	24-N185	0.67	1.00	满意	145	24-N206	0.30	0.00	/
146	24-N157	0.69	1.50	满意	146	24-N210	0.31	0.33	/
147	24-T149	0.65	0.50	满意	147	24-N203	0.37	2.33	/
148	24-N159	0.62	-0.25	满意	148	24-N217	0.28	-0.67	/
149	24-N165	0.65	0.50	满意	149	24-N218	0.30	0.00	/
150	24-N163	0.60	-0.75	满意	150	24-N211	0.30	0.00	/
151	24-N170	0.64	0.25	满意	151	24-N214	0.29	-0.33	/
152	24-N164	0.61	-0.50	满意	152	24-N213	0.30	0.00	/
153	24-N158	0.61	-0.50	满意	153	24-N205	0.30	0.00	/
154	24-N167	0.63	0.00	满意	154	24-N215	0.29	-0.33	/
155	24-N166	0.63	0.00	满意	155	24-N216	0.33	1.00	/

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 C 组统计样				判定	JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定 (干扰样)				判定
实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值		实验室代码	样品编号	测试结果/(mg/kg)	z 值	
156	24-N171	0.64	0.25	满意	156	24-N219	0.30	0.00	/
157	24-N174	0.68	1.25	满意	157	24-N220	0.30	0.00	/
158	24-N177	0.50	-3.25	不满意	158	24-N212	0.29	-0.33	/
159	24-N173	0.89	6.50	不满意	159	24-N202	0.36	2.00	/
160	24-N175	0.68	1.25	满意	160	24-N201	0.33	1.00	/
181	24-M153	0.62	-0.25	满意	181	24-M200	0.28	-0.67	/
182	24-M152	0.60	-0.75	满意	182	24-M198	0.28	-0.67	/
183	24-M142	0.68	1.25	满意	183	24-M197	0.27	-1.00	/
184	24-M144	0.67	1.00	满意	184	24-M190	0.68	12.67	/
185	24-M143	0.62	-0.25	满意	185	24-M191	0.29	-0.33	/
186	24-M158	0.62	-0.25	满意	186	24-M185	0.58	9.33	/
187	24-M159	0.61	-0.50	满意	187	24-M199	0.31	0.33	/

注：|z| < 3.0 为满意结果；|z| ≥ 3.0 为不满意结果，“/”表示未报送结果。

A-1 能力验证结果 z 比分数柱状图

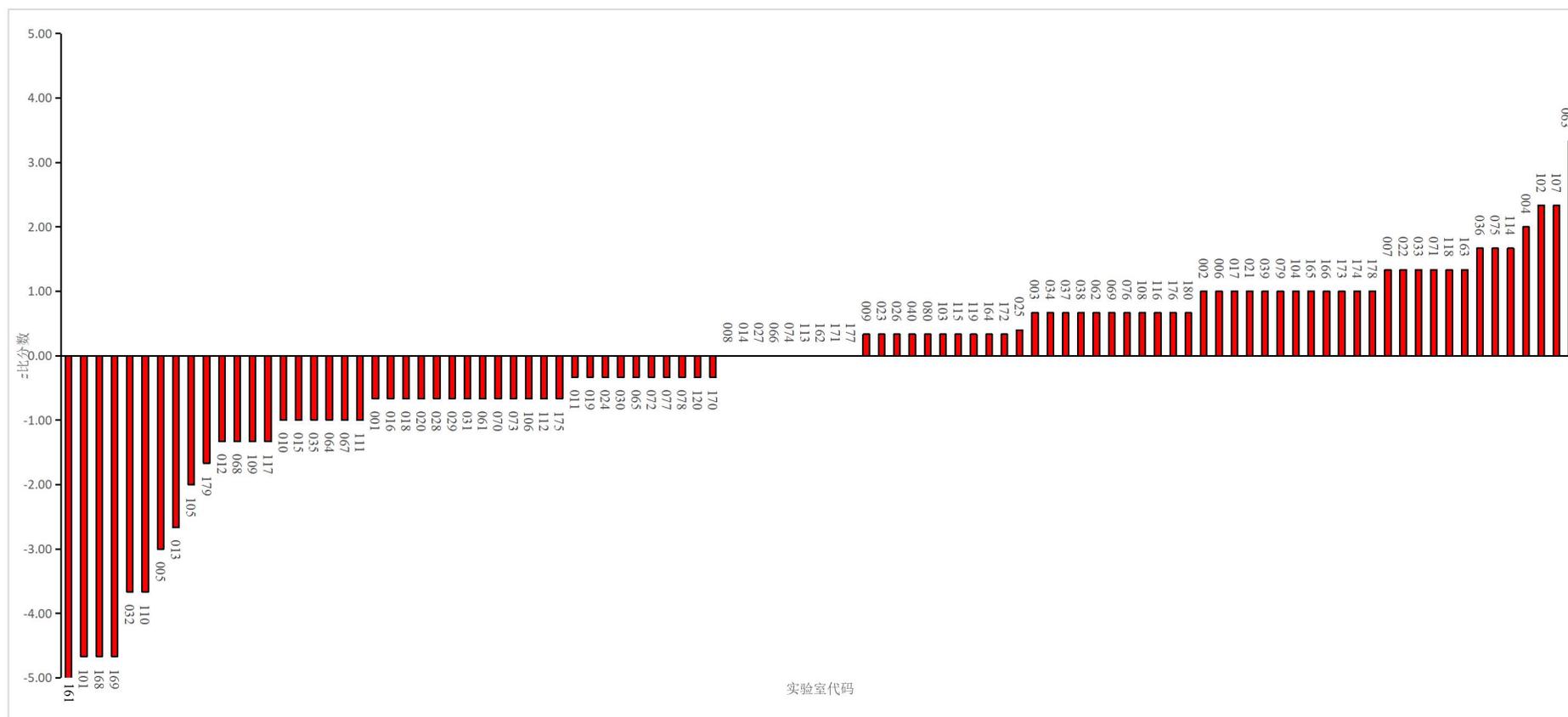


图 A1 z 比分数柱状图 (B 组样品)

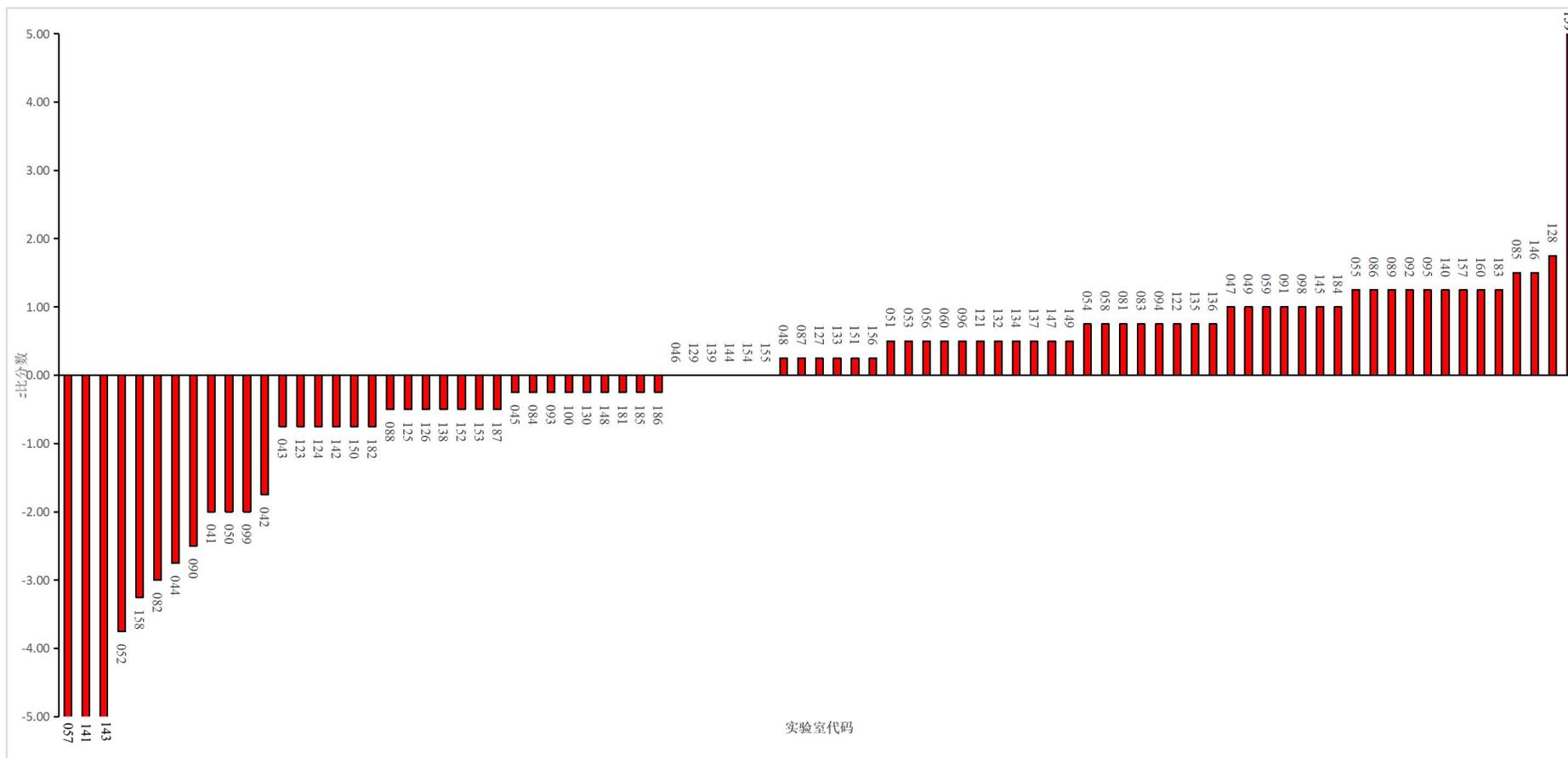


图 A2 z 比分数柱状图 (C 组样品)

A-2 检测主要方法参数汇总

表 A-2 检测方法测试参数汇总表

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
001	0.22	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
002	0.24	0.47	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
003	0.24	0.46	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
004	0.26	0.50	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
005	0.14	0.35	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
006	0.24	0.47	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子分光光度计
007	0.27	0.48	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子质谱仪
008	0.23	0.44	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	ZEEmit7OOP 型原子吸收
009	0.23	0.45	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
010	0.22	0.41	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
011	0.28	0.43	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
012	0.20	0.40	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
013	0.20	0.36	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
014	0.23	0.44	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
015	0.29	0.41	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	石墨炉原子吸收分光光度计
016	0.22	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
017	0.24	0.47	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
018	0.21	0.42	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
019	0.23	0.43	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
020	0.23	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
021	0.47	0.68	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
022	0.48	0.69	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
023	0.45	0.62	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
024	0.43	0.65	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
025	0.452	0.652	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
026	0.45	0.64	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
027	0.44	0.67	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
028	0.42	0.62	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
029	0.42	0.62	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
030	0.43	0.61	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
031	0.42	0.63	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
032	0.33	0.60	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
033	0.48	0.81	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子质谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
034	0.46	0.66	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
035	0.41	0.61	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
036	0.49	0.70	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
037	0.46	0.66	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
038	0.46	0.67	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法	电感耦合等离子体质联用仪
039	0.47	0.66	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	火焰石墨炉一体机原子吸收
040	0.45	0.64	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子分光光度计
041	0.55	0.75	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
042	0.56	0.74	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
043	0.60	0.80	Y	GB5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
044	0.52	0.66	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
045	0.62	0.83	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
				石墨炉原子吸收光谱法	
046	0.63	0.85	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
047	0.67	0.89	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
048	0.64	0.89	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
049	0.67	0.90	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
050	0.55	0.72	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
051	0.65	0.87	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
052	0.48	0.67	Y	GB5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
053	0.65	0.88	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
054	0.66	0.86	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
055	0.68	0.92	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
056	0.65	0.86	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
057	0.38	0.69	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
058	0.66	0.88	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
059	0.67	0.90	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
060	0.65	0.89	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
061	0.22	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
062	0.26	0.46	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
063	0.35	0.54	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
064	0.22	0.41	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
065	0.23	0.43	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法； GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
066	0.23	0.44	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
067	0.24	0.41	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
068	0.23	0.40	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
069	0.23	0.46	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收光谱仪
070	0.23	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
071	0.26	0.48	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
072	0.22	0.43	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
073	0.22	0.42	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
074	0.23	0.44	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
075	0.27	0.49	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
076	0.26	0.46	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	火焰石墨炉原子吸收光谱仪
077	0.23	0.43	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
078	0.24	0.43	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体发射光谱质谱 联用仪
079	0.29	0.47	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
				石墨炉原子吸收光谱法	
080	0.24	0.45	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
081	0.66	0.86	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
082	0.51	0.68	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
083	0.66	0.86	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
084	0.62	0.81	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
085	0.69	0.90	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收光谱仪
086	0.68	0.90	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
087	0.64	0.84	N	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法（非认证能力）	电感耦合等离子质谱仪
088	0.61	0.82	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)
089	0.68	0.90	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 第一法	电感耦合等离子体质谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
090	0.53	0.71	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	火焰石墨炉一体原子吸收光谱仪
091	0.67	0.88	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
092	0.68	0.92	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光度计
093	0.62	0.84	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
094	0.66	0.88	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
095	0.68	0.87	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子质谱仪
096	0.65	0.87	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
098	0.67	0.89	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
099	0.55	0.80	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
100	0.62	0.84	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
101	0.30	0.66	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
102	0.51	0.89	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
103	0.45	0.85	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	Agilent-GTA120 石墨炉原子吸收仪
104	0.47	0.90	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)
105	0.38	0.77	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
106	0.42	0.87	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
107	0.51	0.92	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
108	0.46	0.90	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
109	0.40	0.76	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
110	0.33	0.67	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
111	0.41	0.80	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
112	0.42	0.81	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)
113	0.44	0.89	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
114	0.49	0.90	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
115	0.45	0.71	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
116	0.46	0.89	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)	电感耦合等离子体质谱仪
117	0.40	0.81	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
118	0.48	0.66	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
119	0.45	0.65	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
120	0.43	0.64	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
121	0.45	0.65	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
122	0.44	0.66	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
123	0.42	0.60	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
124	0.40	0.60	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
125	0.41	0.61	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
126	0.42	0.61	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
127	0.44	0.64	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
128	0.65	0.70	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
129	0.44	0.63	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪、电子天平
130	0.43	0.62	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子质谱仪
132	0.44	0.65	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
133	0.46	0.64	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
134	0.45	0.65	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子质谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
135	0.46	0.66	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 第一法 电感耦合等离子质谱法(ICP-MS)	电感耦合等离子体质谱仪
136	0.46	0.66	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 第一法 电感耦合等离子质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
137	0.44	0.65	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
138	0.33	0.61	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
139	0.42	0.63	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
140	0.47	0.68	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 第一法	电感耦合等离子体质谱仪
141	0.42	0.23	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
142	0.30	0.60	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
143	0.42	0.22	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 第一法	电感耦合等离子体质谱仪
144	0.63	0.29	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子质谱法	高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪
145	0.67	0.30	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
146	0.69	0.31	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	高效微波消解器、原子吸收分光光度计（石墨炉）、电子分析天平
147	0.65	0.37	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光谱仪
148	0.62	0.28	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
149	0.65	0.30	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
150	0.60	0.30	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
151	0.64	0.29	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
152	0.61	0.30	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收仪
153	0.61	0.30	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
154	0.29	0.63	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	NexION350X 电感耦合等离子体质谱仪
155	0.63	0.33	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
156	0.64	0.30	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
157	0.68	0.30	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	ContrAA 800D 原子吸收分光光度计
158	0.50	0.29	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	PinAAcle 900T 原子吸收光谱仪
159	0.89	0.36	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法 ICP-MS 法	电感耦合等离子体质谱仪
160	0.68	0.33	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
161	0.28	0.47	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计（石墨炉）
162	0.44	0.89	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	AA800 原子吸收分光光度计
163	0.67	0.48	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	PinAAcle 900Z 石墨炉原子吸收仪
164	0.45	0.83	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
165	0.47	0.88	Y	GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法	电感耦合等离子体质谱仪
166	0.47	0.97	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
168	0.30	0.60	Y	GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
169	0.30	0.60	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收光谱仪
170	0.43	0.83	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
171	0.44	0.85	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
172	0.45	0.84	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
173	0.47	0.90	Y	GB5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪
174	0.47	0.91	Y	GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素测定》第 一法	电感耦合等离子体质谱仪
175	0.42	0.58	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收光谱仪
176	0.46	0.88	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
177	0.44	0.88	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	原子吸收分光光度计
178	0.47	0.96	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收分光光度计
179	0.39	0.79	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法 电感耦合等离子体质谱法	电感耦合等离子体质谱仪

编号	样品 1 结果 (mg/kg)	样品 2 结果 (mg/kg)	项目资质情况	检测方法	仪器名称
180	0.46	0.90	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
181	0.62	0.28	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法	电感耦合等离子体质谱仪
182	0.60	0.28	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收分光光度计
183	0.68	0.27	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收分光光度计
184	0.67	0.68	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
185	0.62	0.29	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法 石墨炉原子吸收光谱法	石墨炉原子吸收分光光度计
186	0.62	0.58	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计
187	0.61	0.31	Y	GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第一法	原子吸收分光光度计

注：“/”表示未注明；“Y”表示实验室认可/资质认定；“N”表示未实验室认可/资质认定。

附录 B 样品的制备

B-1 能力验证样品制备

选取市售酱油样品，添加一定浓度的铅标准溶液后，经均质机充分匀质后分装。以 20mL 棕色西林瓶密封包装，B 组样品分装 300 瓶，C 组样品分装 296 瓶。每瓶约 18g。将包装好的能力验证样品置于常温阴凉处避光保存。

附录 C 样品均匀性/稳定性检验报告

本次能力验证样品按照 GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第二法进行均匀性、稳定性测试。

C-1 能力验证样品均匀性评价

能力验证样品均匀性检测按照 CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》的规定，采用单因子方差分析法对样品的均匀性进行评价。共随机抽取 $m=10$ 组样品，每个样品在不同位置取样重复测试 $n=2$ 次，测试总次数

$$N = \sum_{i=1}^m n = 20 \text{ 次}, \text{ 样品测试的总平均值为 } \bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n x_{ij}。$$

$$\text{样品间: } Q_1 = \sum_{i=1}^m n_i \left(\bar{x}_i - \bar{x} \right)^2 \quad s_1^2 = \frac{Q_1}{v_1}$$

$$\text{样品内: } Q_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} \left(x_{ij} - \bar{x}_i \right)^2 \quad s_2^2 = \frac{Q_2}{v_2}$$

其中，组间自由度 $v_1 = m - 1$ ，即 $v_1 = 9$ ；组内自由度 $v_2 = N - m$ ，即 $v_2 = 10$ 。

$$\text{自由度为 } (v_1, v_2) \text{ 的 } F \text{ 分布变量: } F = \frac{MS_{\text{between}}}{MS_{\text{within}}} = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

$$\text{单元间不均匀性标准偏差: } S_{\text{bb}} = \sqrt{\frac{MS_{\text{between}} - MS_{\text{within}}}{n_0}} = \sqrt{\frac{MS_1^2 - MS_2^2}{n_0}}$$

从 ($\alpha = 0.05$) 显著性的 F 值表上查得相应自由度的临界值为 $F_{\text{临界值}}$ ，若 $F_{\text{实验值}} \geq F_{\text{临界值}}$ ，说明各组间有系统差异，即样品之间存在差异，认为样品不均匀；反之，若 $F_{\text{实验值}} < F_{\text{临界值}}$ ，则认为组内与组间无明显差异，样品可视为均匀。

均匀性检验结果统计汇总详见表 C-1:

酱油中铅含量能力验证样品统计量： $F_{\text{B 样}} = 1.08$ ； $F_{\text{C 样}} = 1.27$ ；临界值： $F_{0.05}(9,10) = 3.02$ 。酱油中铅含量能力验证样品的 F 检验计算值均小于查表临界值 $F_{\text{实验值}} < F_{\text{临界值}}$ ，说明组内与组间无显著性差异，酱油中铅含量样品可视为均匀，制备的能力验证样品均匀性符合要求。

计算酱油中铅含量的不均匀性标准偏差和 $0.3 \hat{\sigma}$ ($\hat{\sigma}$ 为能力评定标准差)，本次能力验证计划中能力验证样品中各参数均符合不均匀性标准偏差 $S_s \leq 0.3 \hat{\sigma}$ ，进一步验证了本次能力验证计划中能力验证样品是均匀的。

表 C-1 均匀性测试数据及评价结果

检验阶段	样品序号	B 样 铅/mg/kg		均值 /mg/kg	样品 序号	C 样 铅/mg/kg		均值 /mg/kg
		-1	-2			-1	-2	
均匀性 检验	124	0.43	0.44	0.44	112	0.61	0.63	0.62
	088	0.42	0.41	0.42	240	0.61	0.62	0.62
	104	0.43	0.41	0.42	080	0.63	0.60	0.62
	268	0.40	0.44	0.42	275	0.60	0.61	0.61
	207	0.40	0.41	0.41	254	0.64	0.63	0.64
	162	0.41	0.43	0.42	121	0.65	0.62	0.64
	055	0.43	0.42	0.43	180	0.62	0.66	0.64
	297	0.42	0.44	0.43	151	0.61	0.63	0.62
	010	0.42	0.40	0.41	066	0.66	0.63	0.65
045	0.40	0.41	0.41	290	0.61	0.62	0.62	
总均值/mg/kg		0.42			0.62			
统计量 F		1.08			1.27			
不均匀性标准偏差		0.00394			0.00863			
$\hat{\sigma}$		0.03			0.04			
$0.3 \hat{\sigma}$		0.009			0.012			
F 临界值		3.02						

C-2 能力验证样品稳定性评价

能力验证样品的稳定性检验分为短期稳定性检验与长期稳定性检验。

短期稳定性主要研究50°C模拟高温运输条件下和四地实际运输过程中，不同运输时间和外部环境因素等对能力验证样品稳定性的影响。本次能力验证样品的运输采用冰袋加泡沫盒运输。

长期稳定性与贮存条件、贮存时间有关，主要研究在常温避光保存条件下，对此次制备的酱油中铅含量的能力验证样品在能力验证的整个实施过程进行稳定性评估。为确保样品在整个能力验证过程中的稳定性，在能力验证发样前和能力验证回收数据结果后样品的长期稳定性。

检验方案见表C-2。

表 C-2 稳定性检验方案

检验类型	检验条件	检验时间间隔	检验量	检验判定原则
短期稳定性	50°C高温模拟运输条件下时间的 影响	第5天、第10天、第15天、 第20天	每次随机抽 取3瓶样品	平均值一致性检验-t检 验法
长期稳定性	规定贮存条件的 时间影响（常温避 光）	能力验证发样前、数据结果 回收后		$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0.3\hat{\sigma}$

酱油中铅含量的能力验证样品的稳定性考察是根据 CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》每次随机抽取 3 个包装单元，每单元独立取样 2 次测试值，每次稳定性测定共获得 6 组数据。

C-3.1 能力验证样品短期稳定性和短期稳定性评价

为确保酱油中铅含量的能力验证样品在预期运输条件下在运输中的稳定性，需要考察样品在预期运输条件下的短期稳定性特性值测试结果情况。按照 CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》采用随机号码表法对样品随机抽样 9 个样品。选择 50°C 作为样品模拟运输保存条件，每次随机抽取 3 瓶能力验证样品置于恒温隔水式培养箱中，在储存第 0 天、第 5 天、第 10 天、第 15 天和第 20 天模拟运输条件。然后将拟研究的能力验证样品（分批）分别贮存不同的时间后，一起测定其特性值，每瓶能力验证样品独立重复平行测定 2 次。考察能力验证样品特性值在不同的贮存条件随贮存时间变化的趋势。

短期稳定性依据 t 检验法“两个平均值之间的一致性检验”判定。短期稳定性检验结果均值与同时期冷冻样品第 0 天检验结果均值进行比较，平均值一致性检验公式如下：

$$t = \frac{|\bar{x} - \bar{y}|}{\sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \cdot \frac{n_1 + n_2}{n_1 \cdot n_2}}}$$

式中： \bar{x} ：同时期冷冻样品第 0 天检验测试数据的总平均值；

\bar{y} ：样品稳定性检验测试数据的总平均值；

S_1 ：同时期冷冻样品第 0 天检验测试数据的标准偏差；

S_2 ：样品稳定性检验测试数据的标准偏差；

n_1 : 同时期冷冻样品第 0 天检验总的测试次数; n_2 : 样品稳定性检验总的测试次数。

将该统计量与 t 分布当自由度为 $n-2$, 95%置信水平的双尾临界值做比较。

若 t 小于显著水平 $\alpha=0.05$ 、自由度为 $n_1+n_2-2=24$ 的临界值 $t_{0.05,24} = 2.06$, 即 $t < t_{0.05,24}$,

则短期稳定性的测试结果与同时期冷冻样品第 0 天检验结果均值之间无显著性差异, 就被认为在 95%置信水平下特性值没有发生改变, 稳定性较好。

短期稳定性检验原始数据见表C-3~表C-4, 其统计结果汇总如下:

表 C-3 B 样短期 50°C模拟运输稳定性检验原始数据

检验阶段	样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		平均值 /(mg/kg)	t	$t_{0.05,24}$
		-1	-2		-1	-2		-1	-2			
0-5 天	055	0.41	0.40	102	0.40	0.41	190	0.40	0.42	0.41	1.67	2.06
0-10 天	019	0.42	0.41	179	0.39	0.42	230	0.40	0.41	0.41	1.60	
0-15 天	110	0.39	0.43	237	0.40	0.42	293	0.40	0.41	0.41	1.53	
0-20 天	015	0.40	0.42	053	0.41	0.42	142	0.40	0.41	0.41	0.45	

表 C-4 C 样短期 50°C模拟运输稳定性检验原始数据

检验阶段	样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		平均值 /(mg/kg)	t	$t_{0.05,24}$
		-1	-2		-1	-2		-1	-2			
0-5 天	036	0.60	0.63	074	0.59	0.62	258	0.62	0.64	0.62	0.00	2.06
0-10 天	107	0.60	0.62	155	0.63	0.61	255	0.60	0.58	0.61	1.20	
0-15 天	054	0.60	0.63	127	0.62	0.62	213	0.60	0.59	0.61	1.25	
0-20 天	063	0.58	0.60	091	0.61	0.60	284	0.62	0.60	0.60	0.86	

经过分析, 50°C高温模拟运输条件下, 在5天、10天、15天和20天均有 $t < t_{0.05,24}$,

故表明能力验证样品在50°C20天内模拟运输条件的稳定性是可以接受的。

C-3.2 样品长期稳定性评定分析结果:

长期稳定性要求对此次研制的酱油中铅含量的能力验证样品在能力验证的整个实施过程进行稳定性评估。为确保样品在整个能力验证过程中的稳定性, 在能力验证发样前和能力验证回收数据结果后每次随机抽取 3 瓶在常温避光储存条件下放置的最小包装单元, 每个最小包装单元独立取样重复测试 2 次做长期稳

定性测试，

每次长期稳定性测定共获得 6 组数据，以均检总平均值作为首次测试数据 \bar{x} ，比较酱油中铅含量的均匀性检验结果均值 \bar{x} 与长期稳定性检验的均值 \bar{y} 差的绝对值与对应的 $0.3\hat{\sigma}$ ，发现均值差的绝对值均小于对应的 $0.3\hat{\sigma}$ ，按照 $|\bar{x}-\bar{y}| \leq 0.3\hat{\sigma}$ 准则，判定酱油中铅含量项目样品在本轮次能力验证计划中稳定，见表 C-5~C-6。

表C-5 B样均匀性检验的均值与长期稳定性检验的均值差与 $0.3\hat{\sigma}$ 的比较

检验阶段	样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		平均值 /(mg/kg)	$ \bar{x}-\bar{y} $	$0.3\hat{\sigma}$
		-1	-2		-1	-2		-1	-2			
均匀性平均值 X	0.42										/	0.009
2024.07.26 (发样品前)	253	0.41	0.40	258	0.41	0.42	254	0.44	0.43	0.42	0.000	
2024.08.13 (数据回收后)	259	0.41	0.41	257	0.42	0.41	255	0.41	0.43	0.42	0.000	

表C-6 C样均匀性检验的均值与长期稳定性检验的均值差与 $0.3\hat{\sigma}$ 的比较

检验阶段	样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		样品 编号	铅/(mg/kg)		平均值 /(mg/kg)	$ \bar{x}-\bar{y} $	$0.3\hat{\sigma}$
		-1	-2		-1	-2		-1	-2			
均匀性平均值 X	0.62										/	0.012
2024.07.26 (发样品前)	171	0.61	0.64	151	0.63	0.62	174	0.64	0.63	0.63	0.010	
2024.08.13 (数据回收后)	168	0.63	0.62	154	0.64	0.62	147	0.63	0.64	0.63	0.010	

2024.07.26（能力验证发样前）、2024.8.13（能力验证数据回收后），因均有 $|\bar{x}-\bar{y}| \leq 0.3\hat{\sigma}$ ，故判定此次酱油中铅含量的能力验证在常温保存条件下，该样品在整个能力验证的实施过程中是稳定的。

D-2 作业指导书

JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定

能力验证计划作业指导书

各参加实验室：

欢迎贵实验室参加“JSFPC-2024JY-012 酱油中铅含量测定”能力验证计划。

6.2.1.1 在本次能力验证计划中，贵实验室的代码为：

为了保证此次能力验证结果的一致性和可比性，实验室能获得满意的测试结果，请认真阅读该作业指导书。

1、发给贵实验室的样品编号为_____、_____。

（以实际收到的样品编号为准）请实验室在收到样品时，发现样品有破损、漏液或其他不适合检验的情形，请立即联系更换事宜。

2、样品说明

2.1 本次能力验证样品已通过均匀性、稳定性测试及相关验证，每个实验室将收到 2 瓶棕色西林瓶装不同铅含量的酱油样品，每瓶约 18 g，样品编号标注在样品外层包装上，各单位需分别提供每瓶样品中铅的测试结果。样品中铅的含量范围为：（0-2.0）mg/kg（以实际测试结果为准）。

2.2 样品仅用于本次能力验证的检测，不得挪作他用，更不得食

用，如果参加实验室将样品用于本次能力验证检测以外的其他目的，技术实施方不承担由此引起的任何责任。

3、检测标准推荐

GB 5009.12-2023《食品安全国家标准 食品中铅的测定》或 SN/T 4888-2017 《出口高盐食品中铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法》或 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》

实验室也可根据需要进行选择其他检测方法，但无论选择何种方法，要考虑到酱油样品的高盐基质影响。

4、样品确认

4.1 参加能力验证的结构在收到样品当日登陆“苏检通”平台进行样品确认，同时填写《能力验证项目物品（样品）确认表》，扫描后上传（PDF 文件格式及命名：实验室代码+物品确认表），保留原件。

4.2 样品到达实验室后，置于阴凉干燥处室温避光保存。

5、结果要求

5.1 每瓶样品摇匀之后，独立取样重复测定 2 次，给出每瓶酱油中铅 2 次的实际测定值、平均值。测试结果统一采用“mg/kg”为单位，测试结果保留两位有效数字。

5.2 测试结果报告单中务必注明机构名称和测试方法，对原方法操作进行修改的部分请在备注中注明。

5.3 在整个能力验证测试计划实施过程中均使用给定的实验室

代码，结果报告单上参加者代码填写实验室的代码，样品编号填写实际收到的样品编号。

5.4 测试结果反馈时间：

请实验室于 2024 年 08 月 09 日 24:00 前登陆“苏检通”平台录入检测结果，并填写《能力验证检测结果结果报告单》（含原始记录及谱图等）扫描后上传（PDF 文件格式及命名：实验室代码+结果报告单），同时将《能力验证报名表》《能力验证项目物品（样品）确认表》《能力验证检测结果报告单》（含原始记录及谱图等）纸质原件材料邮寄给实施机构（以平台填表、寄出时间为准，逾期无效）。无故未按期提交的实验室，其结果将不列入本次统计。

6、统计技术说明

本次能力验证评价方法采用稳健统计技术

7、保密要求

在能力验证计划的实施过程中，各实验室应客观真实地报告结果，严禁实验室相互串通信息、伪造结果，一经发现，将不对该实验室的结果进行评价，并上报省市场监管局。在此次能力验证活动中，组织者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。

8、联系方式：

单位名称：江苏食品药品职业技术学院

联系人：贝红霞、何健

电话：18252574309、13511511616

邮箱：beihongxia09@163.com

邮编：223003

地址：江苏省淮安市清江浦区枚乘路4号

D-3 结果报告单

能力验证项目检测结果报送单

报送时间： 年 月 日

能力验证项目名称	酱油中铅含量测定能力验证			
参加者名称 (盖章)				
参加者代码				
检验依据及条款				
仪器名称及编号				
测试时间	从_____年_____月_____日至_____年_____月_____日			
测试项目	物品 (样品) 编号	测试结果 (mg/kg) 保留 2 位有效数字	最终结果 (mg/kg)	试验人员
铅		1		
		2		
		1		
		2		
附件材料	<input type="checkbox"/> 测试照片 <input type="checkbox"/> 溯源性证明材料 <input type="checkbox"/> 记录 (含谱图等) <input type="checkbox"/> 其他: 说明: 上述材料为复印件, 并加盖单位公章。			
参加者承诺: 上述测试结果由检验检测机构独立完成, 如若不实, 产生任何后果由机构自负。				

附录 E 参考文献

- [1]CNAS-GL03:2010, 能力验证提供者认可准则[S].
- [2]ISO/IEC 17043:2023,Conformity assessment—General requirements for proficiency testing(ISO/CASCO 17043:2010)[S].
- [3]CNAS-RL02:2023, 能力验证规则[S].
- [4]CNAS-GL002:2018, 能力验证结果的统计处理和评价指南[S].
- [5]CNAS-GL003:2018, 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S].
- [6]GB/T 28043-2019, 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法[S].
- [7]中华人民共和国农业农村部公告第 250 号
- [8]JJF 1343-2022, 标准物质的定值及均匀性、稳定性评估[S].
- [9]GB/T 15000.3-2023, 标准样品工作导则（3）标准样品定值的一般原则和统计方法[S].
- [10]能力验证及其结果处理与评价[M]（第一版），马捷，关淑君，茅祖兴，中国质检出版社，中国标准出版社，2016.
- [11]GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》 [S].
- [12]SN/T 4888-2017 《出口高盐食品中铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法》 [S].
- [13]GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》 .

*****END*****