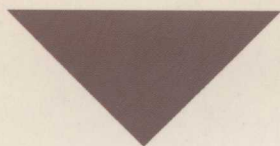




国家认监委实验室能力验证 技术报告汇编

国家认证认可监督管理委员会 编

2007年



中国计量出版社

CHINA METROLOGY PUBLISHING HOUSE

2007/2
2007

国家认监委实验室能力验证 技术报告汇编

(2007 年)

国家认证认可监督管理委员会 编



中国计量出版社

内 容 提 要

为了有效地提升我国实验室的检测能力，中国国家认证认可监督管理委员会组织了对禽蛋中苏丹系列染料、铝合金建筑型材、塑料包装材料性能等涉及食品安全和公共安全的 22 个项目，在实施检测的国内主要实验室中进行了检测能力比对实验。本书汇编了 22 份比对检测报告，作为指导实验室工作的参考资料。

中国计量出版社出版

北京和平里西街甲 2 号

邮政编码 100013

电话 (010) 64275360

<http://www.zgjl.com.cn>

北京密东印刷有限公司印刷

新华书店北京发行所发行

版权所有 不得翻印

*

880 mm × 1230 mm 16 开本 印张 32.25 字数 954 千字

2009 年 1 月第 1 版 2009 年 1 月第 1 次印刷

*

印数 1—450 定价: 98.00 元

统一书号 155026-2385

编委会名单

主 编：谢 军

副 主 编：刘安平 肖 良 齐 晓

执行副主编：李文龙

编 委 会：谢 军 刘安平 肖 良 齐 晓 李文龙 周 刚
郭 栋 黎玉娥 谢 澄 翟培军 茅祖兴 朱 红
马振珠 段文仲 叶卫翔 周加彦 刘红芳 陈旭东
赵有源 连庚寅 张剑锋 文永勤 王克刚 马贵平
付跃进 张晓黎 唐英章 吕成学 李红梅 贺 雄
盛 毅 李 恂 翁瑞泉

主要执笔人：张绍福 朱晓玲 陈瑞春 岳振峰 王兴东 封朝晖
黄晓荣 姬中华 巩红霞 王 帆 郑卫东 项海波
李冰玲 杨 帆 周胜银 陈冬东 王冬妍 刘峰阳
汤 桦 项新华 帅培强 郭琼霞

审 校：茅祖兴 李文龙 郭 栋

前 言

实验室能力验证 (Proficiency Testing), 是通过实验室间检测结果的比对来确定实验室能力的活动, 是实验室证明其技术能力的一种主要手段。当前, 能力验证是国际通行的实验室质量控制方法之一, 已成为世界各国政府以及国际实验室认可组织广泛采用的重要技术手段, 也是实验室质量控制的重要工作。

作为全国实验室资质的管理部门, 国家认证认可监督管理委员会 (以下简称国家认监委) 一直致力于不断提高实验室的管理水平和监测能力。能力验证作为日常监督检查的辅助手段, 能够有效地提升实验室的检测能力。国家认监委一直对能力验证工作给予高度的重视。近年来, 国家认监委在社会广泛关注的重点领域, 尤其是食品安全领域组织能力验证活动。通过开展孔雀石绿、禽流感等能力验证项目, 有效地促进了我国的重点食品检验检测机构的检测能力和管理水平的提高, 同时帮助部分实验室及时发现自身的不足并及时改进。每次能力验证计划完成后, 国家认监委都及时公布参加能力验证计划的合格实验室名单, 为食品安全领域的社会委托检验和政府部门布置监督检查任务提供了可靠的选择, 对促进我国的食品安全工作起到了积极的作用。

连续两年的大规模开展能力验证活动, 取得了令人满意的结果。在总结经验的基础上, 国家认监委将进一步完善能力验证工作, 制定出更加合理的操作规程和规范化的工作表格, 保证各项目协调单位按照要求实施能力验证计划。2007 年, 能力验证被列入了认证认可重点工作内容, 国家认监委也扩大了能力验证的规模。2007 年 1 月, 国家认监委发布了《关于征集 2007 年国家认监委能力验证项目的通知》, 在征求国家质检总局、社会各方意见的基础上, 对 138 个申报项目进行了认真遴选, 最终确定了 22 个项目作为 2007 年能力验证计划。其中包括, 河北出入境检验检疫申报的“禽蛋中的苏丹系列染料检测”等 11 个项目作为 A 类项目; 国家人造板质量监督检验中心申报的“中高密度纤维板甲醛释放量检测项目的能力验证”等 11 个项目为 B 类项目。

在各项目承担单位的积极努力下, 22 个项目的能力验证工作取得了圆满成功, 并顺利通过国家认监委组织的项目专家验收工作。多数项目的方案设计和数理统计都比较合理, 不少实验室在样品制备方面做了细致科学的工作, 留下了值得借鉴的经验。没有发现明显的实验室间的串通行为。部分能力验证项目协调单位通过对能力验证结果的深入分析, 发现了检测标准、检验方法、仪器试剂存在的不足之处。国家认监委将向有关部门通报相关情况, 使能力验证结果在促进相关行业检测水平方面发挥积极的作用。2008 年 6 月, 国家认监委发布了 18 号公告, 宣布 2007 年的 22 个项目的能力验证工作全部结束, 参加能力验证实验室累计有 1703 家次, 其中结果满意的实验室达 1551 家次, 并将结果满意的实验室名单予以公布。

通过连续开展能力验证, 多数实验室对能力验证工作重要意义的认识普遍有所提

高，通过参加能力验证活动，有效的促进实验室自身建设。实验室积极报名参加的越来越多。有关项目承担单位从方案设计到最终技术报告的完成，也都越来越规范，国家认监委的能力验证工作正步入健康正确的发展轨道。

2007 年下发的能力验证计划通知中对能力验证项目运行的各环节提出了明确的要求，并在会议上对协调单位的技术人员进行了培训，基本形成了一套行之有效的操作模式。再加上个别协调单位多次承担能力验证项目，积累了丰富的经验，培养了一批能力验证人才。

从 2005 年开始，国家认监委每年都会将能力验证项目的最终报告汇编成册，作为技术指导书发放给今后承担能力验证计划的协调单位。汇编出版 2007 年 22 个能力验证项目的技术报告，是对国家认监委 2007 年能力验证工作的总结，同时也为今后的能力验证工作协调单位（实验室）和参加实验室提供了技术参考，是一本有意义的档案性材料和工作指导书。

由于执笔者和编审者水平有限，本汇编相关技术报告中难免会存在一些疏漏或错误，敬请广大读者批评指正。

编 者

2007 年 8 月

目 录

禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证报告 (CNCA -07 - A01)	(1)
铝合金建筑型材阳极氧化膜厚度检测能力验证报告 (CNCA -07 - A02)	(14)
塑料包装材料阻隔性能测试能力验证报告 (CNCA -07 - A03)	(33)
复混肥料中氮、磷、钾含量的测定能力验证报告 (CNCA -07 - A04)	(57)
石材放射性检测能力验证报告 (CNCA -07 - A05)	(81)
日用陶瓷铅镉溶出量检测能力验证报告 (CNCA -07 - A06)	(115)
果汁饮料中甜蜜素的测定能力验证报告 (CNCA -07 - A07)	(150)
饲料中牛羊源性成分 PCR 方法定性检测能力验证报告 (CNCA -07 - A08)	(175)
乙肝表面抗原检测能力验证计划结果报告 (CNCA -07 - A09)	(194)
酱油中氨基酸态氮检测能力验证报告 (CNCA -07 - A10)	(216)
食品中氯霉素残留量检测能力验证报告 (CNCA -07 - A11)	(247)
中高密度纤维板甲醛释放量检测能力验证报告 (CNCA -07 - B01)	(264)
电子电气产品原材料中有毒有害物质的检测能力验证计划结果报告 (CNCA -07 - B02)	(283)
β -兴奋剂残留量的检测能力验证报告 (CNCA -07 - B03)	(300)
食用植物油中 BHA/BHT 能力验证计划结果报告 (CNCA -07 - B04)	(307)
轻柴油馏程等部分项目检测能力验证报告 (CNCA -07 - B05)	(329)
猪肉中呋喃唑酮代谢物残留量检测能力验证报告 (CNCA -07 - B06)	(360)
水产品中恩诺沙星检测能力验证报告 (CNCA -07 - B07)	(373)
菟丝子鉴定能力验证报告 (CNCA -07 - B08)	(404)
3 等量块校准能力验证报告 (CNCA -07 - B09)	(425)
营养强化剂中 Pb、Ca 检测能力验证报告 (CNCA -2007 - B10)	(449)
浓缩苹果汁中 6 种拟除虫菊酯类农药残留检测能力验证报告 (CNCA -2007 - B11)	(473)



禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证报告

(CNCA - 07 - A01)

Proficiency Testing Program of sudan series dyes in eggs
FINAL REPORT

中国国家认证认可监督管理委员会

Certification and Accreditation Administration of the

People's Republic of China

2008 年 1 月

目 录

- 1 前言
- 2 本次能力验证计划概述
 - 2.1 参加实验室统计
 - 2.2 样品制备、包装与发放
 - 2.3 样品均匀性检验设计
 - 2.4 样品稳定性检验设计
 - 2.5 计划的保密性及可靠性
- 3 能力验证结果的统计处理及结果评价原则
- 4 统计处理的结果
- 5 技术分析
- 6 统计术语及定义
- 7 总结
 - 7.1 本次能力验证活动的特点
 - 7.2 建议
- 8 计划组织者和协调者
 - 8.1 计划组织者
 - 8.2 计划协调者
 - 8.3 统计者
- 9 依据文件及参考书
- 附录 A 河北局第一轮到第四轮通知（略）
- 附录 B 样品制备及样品的均匀性和稳定性检验

1 前 言

《CNCA-07-A01 禽蛋中的苏丹系列染料检测》能力验证计划是根据国家认证认可监督管理委员会《关于下达 2007 年能力验证计划的通知》（国认实函〔2007〕60 号）文件要求，由国家认证认可监督管理委员会实验室与检测监管部组织，河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心负责实施和协调工作。计划方案由河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心食品安全实验室提出，经技术顾问小组审议修改后，由国家认证认可监督管理委员会实验室与检测监管部批准实施。

2 本次能力验证计划概述

为加强实验室检测能力建设，在一些社会热点和重点关注的领域验证并提升实验室的检测水平，国家认监委决定 2007 年继续组织开展实验室能力验证工作，最终确定 22 个项目作为 2007 年能力验证计划项目，其中 A 类项目 11 个，B 类项目 11 个。河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心申报的“禽蛋中的苏丹系列染料检测”为 A 类项目。

本次能力验证计划的主要目的是了解国内该检测领域的整体水平，发现和识别实验室间存在的差异。以达到验证该项目检测能力，促进实验室提高检测水平，保证检测质量的目的。

通过能力验证活动了解确定参加实验室进行某些特定检测或测量的能力，以及监控实验室的持续能力；了解国内该检测领域的整体水平，识别实验室存在的问题并制定相应的补救措施；增加实验室客户的信心；根据能力验证结果提高参加实验室的检测水平。国家认证认可监督管理委员会

(CNCA) 决定开展本次能力验证活动。

根据国家认证认可监督管理委员会的要求和我国禽蛋中检测出苏丹系列染料的现状，本次能力验证计划确定的检测项目为苏丹 I 和苏丹 IV。

本次“禽蛋中的苏丹系列染料检测”能力验证计划于 2007 年 5 月开始样品制备，并进行样品均匀性试验和稳定性试验，6 月 12 ~ 13 日向各实验室发出关于邀请参加 2007 年国家认监委实验室能力验证计划的第一轮通知 130 余份，共有 88 个实验室报名参加本次能力验证实验。

2007 年 7 月 18 日向各报名实验室发出关于邀请参加 2007 年国家认监委实验室能力验证计划的第二轮通知及禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证作业指导书，同时向每个实验室发送注有编号的能力验证样品 2 份，每份样品约 10 克。2007 年 8 月 20 日为报送结果的最终截止日期，共收到 83 个实验室结果报告单，有 6 个实验室因各种原因报名但未反馈检测结果报告单，9 月 20 日完成结果统计工作。有 28 个实验室的检测结果出现了可疑值（有问题）或离群值（检测结果为不满意）。

2007 年 10 月 16 日向出现了可疑值或离群值的 28 个实验室发出关于“禽蛋中的苏丹系列染料检测”能力验证计划的补测通知（第三轮）。2007 年 10 月 25 日收到 27 个实验室的《禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证计划补测确认单》。

2007 年 11 月 1 日向参加补测的 27 个实验室发出关于邀请参加 2007 年国家认监委实验室能力验证计划的第四轮通知及禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证作业指导书，同时向每个实验室发送注有编号的能力验证补测样品 2 份，11 月 30 日收到 27 个补测实验室的“禽蛋中的苏丹系列染料检测”能力验证补测结果报告单。12 月下旬完成统计工作。

2.1 参加实验室统计

全国 29 个省、自治区、直辖市共 83 个实验室参加了本次能力验证计划，其中检验检疫系统实验室 31 个，占总数的 37.3%；质量技术监督系统实验室 40 个，占总数的 48.2%；自愿报名参加此次能力验证计划的实验室 12 个，占总数的 14.5%。

实验室的地域分布情况见表 1（按省、自治区、直辖市及检验检疫直属局所在市）：

表 1 参加本次能力验证计划的实验室分布情况

省、市	检验检疫实验室	质量技术监督实验室	其他实验室	合计
北京	2	1	1	4
天津	1			1
河北	2	2		4
山西	1	1		2
内蒙古		1		1
辽宁	1	3		4
吉林	1	2		3
黑龙江	1		1	2
上海			1	1
江苏		4		4
浙江	2	2	1	5
安徽		1		1
福建	3	2		5
江西	1	1		2
山东		3	5	8
河南	1	2		3
湖北	1	2		3
湖南	1			1
广东	5	3	1	9

				续表
省、市	检验检疫实验室	质量技术监督实验室	其他实验室	合计
广西	1	2	1	4
海南		1		1
重庆	1	1		2
四川	1	1		2
贵州				0
云南	1	1		2
陕西	1	1		2
甘肃	1			1
宁夏	1	1		2
新疆	1	1		2
西藏		1		1
澳门			1	1
合 计	31	40	12	83

2.2 样品制备、包装与发放

能力验证计划样品的均匀性和稳定性非常重要，我们制定了四种样品制备方案：（1）用加入苏丹 I 和苏丹 IV 的饲料喂养鸡，然后得到禽蛋样品；（2）在鸡蛋液中加入苏丹 I 和苏丹 IV；（3）用有机溶剂溶解蛋黄；（4）在蛋黄粉中加入苏丹 I 和苏丹 IV。经过反复实验和认真研究，第一种方案时间太长，第二种方案样品分层，均匀性和稳定性都很差，第三种方案蛋黄不能被有机溶剂完全溶解，样品均匀性差。最后我们选择了第四种方案。

本次能力验证计划样品的制备方法为：首先将禽蛋煮熟，将蛋黄和蛋清完全分开，弃取蛋清，收集蛋黄并将其粉碎并于 100℃ 加热 4 小时，烘干去除水分，用有机溶剂二氯甲烷（分别添加不同水平的标准苏丹 I 和苏丹 IV 溶液）溶解蛋黄粉成均匀的液体，均质混匀，涂层室温下挥发去除有机溶剂，搅拌混匀成为能力验证样品，分装于 50 毫升的塑料瓶中，约 10 克/瓶。本次能力验证计划向每个参加实验室提供分别带有惟一编号（样品编号采用“蛇”形编号的方法）的试样 2 个（瓶），随通知特快专递寄给各个参加实验室。

2.3 样品均匀性检验设计

样品的均匀性试验采用单因子方差统计分析进行评定（详见附录 B）。依据 CNAS - GL03《能力验证样品均匀性评价指南》中单因子方差分析法进行均匀性检验。按随机数表随机抽取各水平样品 10 瓶，每瓶重复测定 2 次。只有当 F 值小于 $F\alpha(v_1, v_2)$ 时，则认为样品是均匀的，予以放行。否则重新制样并进行均匀性检验。

2.4 样品稳定性检验设计

在样品均匀性检验完成后进行稳定性检验。随机抽取各水平样品 12 瓶，总计 24 瓶。稳定性检验时间总跨度为 30 天。考虑到样品在发放途中可能遭遇到的环境温度，所以稳定性检验的样品在常温（18℃ ~ 25℃）下放置，每间隔 10 天，做一次稳定性检验，共分为 4 个间隔日，分别为第 1（6 月 20 日）、10（6 月 30 日）、20（7 月 10 日）、30 天（7 月 20 日）。分别于各间隔日随机抽取每种水平样品 3 瓶，每瓶重复测定 2 次，检测方法、检测人员、仪器、实验室均与均匀性检验相同。采用 t 检验法评定样品的稳定性，以均匀性检验结果为参比数据。

此外，考虑到样品在发放运输途中可能遭遇到的高温条件，我们还进行了高温实验，将不同水平的各两个样品放置于烘箱中，温度为 80℃，时间为 3 小时，再次检测，检测结果没有变化，说明样品稳定性良好。

2.5 计划的保密性及可靠性

根据保密的需要，对每个参加实验室随机赋予一个编号。在本报告中，说明参加实验室的检测结果和进行检测能力评价时均以实验室编号表示。

为保证检测结果的真实可靠，避免相互串通，本次能力验证计划的样品分为不同浓度水平的两组，每个实验室的样品是从每组中随机抽取的，并要求参加实验室提供检测原始谱图。

3 能力验证结果的统计处理及结果评价原则

本次能力验证计划采用 CNAS - GL02《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》中的稳健 Z 比分数和离群值统计方法评价参加实验室该项目的检测能力，能力评价的主要参数包括单一稳健 Z 值 (Z_A 、 Z_B)、实验室间 Z 值 (Z_B) 和实验室内 Z 值 (Z_W)。

采用稳健中位值 (Robust Median) 和标准四分位距 (NIQR) 等统计量计算实验室 Z 值。

结果的评价原则：

- 当 $|Z| \leq 2$ 时，结果满意
- 当 $2 < |Z| < 3$ 时，结果可疑
- 当 $|Z| \geq 3$ 时，结果不满意（离群）

当实验室的 Z 比分数处在有问题的区间（即 $2 < |Z| < 3$ ）时，应鼓励实验室认真地检查它们的结果偏差较大的原因。

对认为是离群的结果进行说明时，必须考虑 Z 比分数的符号和能力验证计划的设计。对于分割水平对，一个正的实验室间离群值（即 $Z_B \geq 3$ ）表明该样品对的二个结果太高。而一个负的实验室间离群值（即 $Z_B \leq -3$ ）表明其结果太低。对于样品对，实验室内离群值（即 $|Z_W| \geq 3$ ）表明其二个结果间的差值太大。

4 统计处理的结果

检测结果统计见表 2、表 3。

表 2 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证统计处理结果汇总表（第一轮）

表 2.1 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证实验第一轮统计处理结果（ Z_B ）

实验室数目 检测项目	实验室 总数	满意 ($ Z_B \leq 2$)	有问题 $2 < Z_B < 3$	不满意 ($ Z_B \geq 3$)	满意率 (%)
苏丹 I	83	66	3	14	79.5
苏丹 IV	83	64	4	15	77.1

表 2.2 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证实验第一轮统计处理结果（ Z_W ）

实验室数目 检测项目	实验室 总数	满意 $ Z_W \leq 2$	有问题 $2 < Z_W < 3$	不满意 $ Z_W \geq 3$	满意率 (%)
苏丹 I	83	72	2	9	86.7
苏丹 IV	83	73	3	7	87.9

表 2.3 第一轮检测结果可疑和不满意实验室的编号汇总表

检测项目	有问题 ($2 < Z < 3$)	不满意 ($ Z \geq 3$)
苏丹 I	25 38 58 68 76	02 06 08 09 28 32 33 38 40 42 43 50 53 62 65 74 76 79 83 84
苏丹 IV	06 27 28 60 62 79 84	01 02 08 09 21 25 33 37 40 42 50 58 65 68 74 76 79 83

表 3 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证统计结果汇总表（第二轮）

表 3.1 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证实验第二轮统计处理结果（ Z_B ）

实验室数目 检测项目	实验室 总数	满意 ($ Z_B \leq 2$)	有问题 $2 < Z_B < 3$	不满意 ($ Z_B \geq 3$)	满意率 (%)
苏丹 I	21	14	1	6	66.6
苏丹 IV	23	15	1	7	65.2

表 3.2 禽蛋中的苏丹系列染料检测能力验证实验第二轮统计处理结果（ Z_W ）

实验室数目 检测项目	实验室 总数	满意 $ Z_W \leq 2$	有问题 $2 < Z_W < 3$	不满意 $ Z_W \geq 3$	满意率 (%)
苏丹 I	21	17	1	3	81.0
苏丹 IV	23	21	1	1	91.3

表 3.3 第二轮检测结果可疑和不满意实验室的编号汇总表

检测项目	有问题 ($2 < Z < 3$)	不满意 ($ Z \geq 3$)
苏丹 I	83	02 08 09 28 50 68
苏丹 IV	50	02 08 09 28 58 68 79

5 技术分析

经过两轮测试检测结果不满意（离群）或有疑问（可疑）的实验室代码见表 3.3。

这些实验室中，四项结果都不满意（离群）（苏丹 I： Z_B ， Z_W ；苏丹 IV： Z_B ， Z_W 均大于等于 3）的实验室有 1 个（实验室编号：02）；三项结果不满意（离群）的实验室有 2 个（实验室编号：09 68）；两项结果不满意（离群）的实验室有 2 个（实验室编号：08 28）；一项结果不满意（离群）的实验室有 3 个（实验室编号：50 58 79）。

表 4 四项和三项检测结果不满意的检测结果分析

实验室编号	Z 值	分 析
02	苏丹 I： Z_B ：-22.4 Z_W ：-5.50 苏丹 IV： Z_B ：-17.6 Z_W ：-3.09	检测结果偏低 检测结果间的差值太小 检测结果偏低 检测结果间的差值太小
09	苏丹 I： Z_B ：-6.98 Z_W ：-3.42 苏丹 IV： Z_B ：-3.77	检测结果偏低 检测结果间的差值太小 检测结果偏低
68	苏丹 I： Z_B ：-4.12 Z_W ：-3.91 苏丹 IV： Z_B ：-9.66	检测结果偏低 检测结果间的差值太小 检测结果偏低

6 统计术语及定义

结果数：参加实验室按照作业指导书报告的有效检测结果数目。结果数是从一个特定检测中得到的结果总数，符号为 N 。

稳健 Z 比分数和离群值统计：为了统计评价参加实验室的结果，使用基于稳健总计统计量的 Z 比分数（中位值和标准化 IQR）。如果是样品对的结果（在大多数情况下），将计算两个 Z 比分数，即实验室间 Z 比分数（ Z_B ）和实验室内 Z 比分数（ Z_W ）。它们分别基于结果对的和与差值。

中位值（Median）：中位值是一组数据的中间值，即有一半的结果高于它，一半的结果低于它。一组按大小顺序排列结果数值的中间值，若 n 为奇数，则 $x_{(n+1)/2}$ 的结果数值为中位值；若 n 为偶数，则两个中心值的平均值为中位值，即 $\{x_{[n/2]} + x_{[n/2]+1}\} / 2$ 。

四分位距（IQR）：四分位间距是低四分位数值和高四分位数值的差值。

标准四分位距（NIQR）：标准化 IQR 是一个结果变异性的量度。它等于四分位间距（IQR）乘以因子 0.741 3，其为一个标准偏差相类似。

稳健变异系数（%）：稳健 CV 是变异系数，

稳健 $CV = [\text{标准化 IQR} / \text{中位值}] \times 100\%$ ；

最大值（Maximum）：最大值是最高值（即 $x[n]$ ）；

最小值（Minimum）：最小值是最低值（即 $x[1]$ ）；

极差（Range）：极差是它们之间的差值（即 $x[n] - x[1]$ ）。

7 总结

7.1 本次能力验证活动的特点

总结本次能力验证活动主要有以下几个特点：

(1) 选项新，热点性强

本次能力验证活动是在我国出现“红心蛋”事件后，针对禽蛋中的有害物质进行的检测，本次能力验证计划确定的最终检测项目为苏丹 I 和苏丹 IV。

(2) 实施方案可操作性强

协调者在编制方案时从样品的制备、均匀、贮存、发放、检测等诸方面认真研究可能影响检测结果准确性的因素，从而采取预防措施。确保了样品的均匀性和稳定性，根据研究的结果在作业指导书中给予详细的建议。另外，为方便数据处理和防止参加者串通，协调者采取了样品“分组”设计。

(3) 样品的选择与制备严谨

为保证此次能力验证计划能真实反映国内实验室检测苏丹系列染料的整体水平，协调者在选择样品前做了大量的调研，最终确定了样品的基质，在样品的制备上投入了较多时间与精力。

(4) 组织领导得力

国家认监委高度重视此次能力验证工作，实验室检测与监管部领导认真审查方案并提出了宝贵的意见，使得方案更加完善，避免了实施过程中不良情况的出现。

(5) 技术专家支持

协调者遵照国家认监委的指示，在检验检疫系统内聘请了苏丹系列染料检测方面的专家组成本次能力验证活动的技术顾问组。技术顾问组审查了实施方案，在原则上同意方案内容的基础上提出了宝贵的修改意见及注意事项，从而使方案更加完善。

7.2 建议

(1) 对组织者和协调者的建议

开展对能力验证计划组织者、协调者和参加实验室的培训。通过培训，使之了解能力验证的组织、实施方法和程序，掌握能力验证的结果评定方法和程序，提高能力验证的组织与实施水平，要求能力验证组织者和协调者获得能力验证提供者资质。对参加实验室的培训包括检测技术方法培训和能力验证结果在实验室质量控制中的运用方法的培训。

有能力验证协调经验的实验室在以后的能力验证计划中可以较多的承担类似的协调任务，因为通过一次或者多次的协调工作会积累很多经验，同时也会有很多创新，这将会使以后的能力验证工作更

加完善、周密。

(2) 对参加能力验证实验室的建议

本次能力验证活动中,大部分实验室对分析方法的掌握应用较好,少数实验室出现不满意或存在疑问结果的原因我们仅能从得到的数据和使用方法做粗略的分析和推断。为此建议参加实验室参照本报告给出的信息,根据相关标准和规范,结合自身实际,认真找出差距和问题所在,制定纠正措施,有效整改,使参加此次能力验证活动的实验室真正达到提高检测水平保证检测质量的目的。

本次能力验证活动中有些实验室报送的结果中出现了 Z_b 值满意而 Z_w 值可疑或不满意的结果,这表明这些实验室在对不同水平的测试中存在问题,建议这些实验室重点从以下方面查找影响因素: 1. 操作人员; 2. 仪器设备状况; 3. 使用试剂; 4. 环境条件。同时有些实验室也出现了 Z_w 值满意而 Z_b 值可疑或不满意的结果,分析原因可能是实验室存在系统偏差,建议这些实验室重点从仪器、标准品、方法上查找原因。

8 计划组织者和协调者

8.1 计划组织者

国家认证认可监督管理委员会 (CNCA) 实验室与检测监管部

联系人: 李文龙、周刚

联系电话: 010-82262769、82262770

E-mail: liwl@cnca.gov.cn zhoug@cnca.gov.cn

地址: 北京市海淀区马甸东路9号, 邮编: 100088

8.2 计划协调者

河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心

联系人: 陈瑞春 郭春海 杨茜

联系电话: 0311-85980562 85980563

传真: 0311-85980541

E-mail: crcde@163.com gch1980@yahoo.com.cn

通讯地址: 河北省石家庄市和平西路318号, 050051

8.3 统计者

河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心

陈瑞春 郭春海 吕红英

9 依据文件及参考书

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

附录 A 河北局第一轮到第四轮通知 (略)

附录 B 样品制备及样品的均匀性和稳定性检验

1. 样品制备

能力验证样品分装于50毫升的塑料瓶中,约10克/瓶。本次能力验证计划向每个参加实验室提供分别带有惟一编号 (样品编号采用“蛇”型编号的方法) 的试样2个 (瓶), 随通知寄给各个参加

实验室。

2. 均匀性检验

从分装好的 2 组样品中随机各抽取 10 个样品分别进行均匀性检验，每个样品在同样的条件重复测试 2 次。

2.1 第一组样品均匀性检验

表 B-1 第一组样品苏丹 I 均匀性检验数据汇总表

样品编号	测 定 结 果			
	1		2	
1	1.879		1.955	
2	1.952		1.482	
3	1.826		1.995	
4	1.670		1.937	
5	1.861		2.046	
6	1.971		1.986	
7	1.522		1.129	
8	1.821		1.911	
9	1.695		1.913	
10	1.803		1.528	
总平均值	1.794			
方差来源	自由度	平方和	均方	F
样品间	9	0.670 979	0.074 553	2.31
样品内	10	0.323 337	0.032 334	
评价	F 临界值 $F_{0.05}(9,10) = 3.02$ ，F 值计算结果为 1.14，表明在 0.05 显著水平时，第一组样品中苏丹 I 含量是均匀的。			

表 B-2 第一组样品苏丹 IV 均匀性检验数据汇总表

样品编号	测 定 结 果	
	1	2
1	1.332	1.424
2	1.393	1.077
3	1.303	1.455
4	1.225	1.415
5	1.233	1.481
6	1.434	1.452
7	1.103	0.818
8	1.313	1.384
9	1.226	1.340

续表

样品编号	测 定 结 果			
	1		2	
10	1. 292		1. 096	
总平均值	1. 290			
方差来源	自由度	平方和	均方	<i>F</i>
样品间	9	0. 337 49	0. 037 499	2. 04
样品内	10	0. 183 515	0. 018 352	
评价	<i>F</i> 临界值 $F_{0.05}(9,10) = 3.02$, <i>F</i> 值计算结果为 2. 04, 表明在 0.05 显著水平时, 第一组样品中苏丹Ⅳ含量是均匀的。			

2.2 第二组样品均匀性检验

表 B-3 第二组样品苏丹 I 均匀性检验数据汇总表

样品编号	测 定 结 果			
	1	2		
1	1.353	1.491		
2	1.537	1.335		
3	1.501	1.400		
4	1.495	1.544		
5	1.553	1.361		
6	1.522	1.392		
7	1.527	1.342		
8	1.530	1.417		
9	1.429	1.471		
10	1.445	1.471		
总平均值	1.456			
方差来源	自由度	平方和	均方	<i>F</i>
样品间	9	0.012 857	0.001 429	0.16
样品内	10	0.087 824	0.008 782	
评价	<i>F</i> 临界值 $F_{0.05}(9,10)=3.02$, <i>F</i> 值计算结果为 0.16, 表明在 0.05 显著水平时, 第二组样品中苏丹 I 含量是均匀的。			

表 B-4 第二组样品苏丹Ⅳ均匀性检验数据汇总表

样品编号	测 定 结 果	
	1	2
1	1.681	1.902
2	1.944	1.735