

液体乳中蛋白质的测定能力验证
技术报告
(最终报告)

NJSY-PT-202302

委托机构：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

南京市食品药品监督检验院

二〇二三年十二月

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

项目负责人：孙小杰

协调人：高孟朝

联系地址：南京市江宁区文芳路 199 号 3 号楼

邮编：211198

E-mail：njsyy2015@163.com

电话：025-86822007

专家组名单：（专家单位均为南京市食品药品监督检验院）

统计人员：洪俊晨 刘其南 冯敬敬

技术人员：孙小杰 程逸宇 王玉梅 黄梦静 詹密 王佳

报告起草：黄梦静 洪俊晨 高孟朝

报告审核：孙小杰

报告签发：

职务：副院长

签发日期：2023.12.27

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.....	2
2.3 方案设计及实施.....	2
2.4 保密要求.....	6
3 统计设计.....	6
3.1 统计方法及统计量.....	7
3.2 结果评价方法.....	8
3.3 指定值的不确定度及溯源性.....	8
4 统计处理及能力评价.....	9
4.1 检测结果初审.....	9
4.2 结果的统计分析.....	9
5 技术分析及建议.....	11
6 总结.....	13
7 参考文献.....	15
附录 A 样品均匀性、稳定性检验数据记录.....	16
附录 B 能力验证参加单位报送结果及评价.....	25
附录 C 不同检测方法的比较.....	33
附录 D 作业指导书.....	35
附录 E 能力验证样品接收状态确认表.....	37
附录 F 能力验证样品测试结果报告单.....	38
附录 G 能力验证样品检测原始记录.....	39

1 前言

本报告是对液体乳中蛋白质的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(以下简称“省局”)委托,南京市食品药品监督检验院(以下简称“南京食药检院”)负责具体实施。

乳制品是我国居民日常饮食中消费量较大的一类食品,是人体所需蛋白质、维生素、氨基酸、矿物质等主要营养物质的重要来源之一。乳制品中蛋白质的含量是重要的产品质量指标。以 GB 25191-2010《食品安全国家标准 调制乳》等为代表的国内外主要乳制品产品标准,对相应产品中蛋白质的含量均有明确的规定。液体乳作为日常消费量较大的一类乳制品,其蛋白质含量直接影响居民日常乳蛋白质的摄入水平。因此,准确测定液体乳中蛋白质的含量,对于食品监管及促进行业发展等方面具有十分重要的意义。

本次能力验证项目有利于加强食品安全监管、提高机构该项目的检测能力,其目的是考查江苏省内具有 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》(第一法)或者 NY/T 1678-2008《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》资质能力的检验检测机构,在该检测领域的整体水平,保证食品检验工作质量。

本能力验证计划依据 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)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。由南京食药检院随机选取已制备的样品进行分发,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。能力验证结果是各实验室该项目检测能力的客观反映。本次能力验证,可以进一步发现相关检验检测机构工作中可能存在的问题和风险,识别实验室间差异,帮助实验室提高自身的管理能力和技术水平,为省局对食品领域的实验室监管提供重要的依据和技术支持。

2 计划概述

2.1 检测项目简介

本项目是根据省局 2023 年能力验证工作安排及《关于开展 2023 年江苏省检验检测机构能力验证工作的通知》(苏市监检测(2023)156 号)相关要求安排

实施。

本项目是针对食品安全检测领域开展，选取居民日常饮食中消耗量较大的液体乳开展能力验证。

本次能力验证计划项目为：液体乳中蛋白质的测定能力验证。

样品测试项目为：蛋白质（基质为：液体乳）。

样品测试方法：GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）、NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》。

2.2 参加实验室概述

根据省局通知文件（苏市监检测〔2023〕156号）规定及相关要求，全省范围内资质认定获证机构中，具有“液体乳中蛋白质”检测能力的检验检测机构，均应参加本次能力验证活动，其他检验检测机构自愿参加。

本次能力验证计划应参加机构数为 202 家，其中，实际报名参加机构数为 180 家（编号 001~180），占总数的 89.1%；未参加机构数为 22 家（申请不参加机构数为 15 家，无故未报名机构数为 7 家），占总数的 10.9%。另有 11 家实验室（编号 181~191）为自愿参加机构，实际共有 191 家实验室报名参加。参加单位分布于江苏省 13 个省辖市及内蒙古自治区呼和浩特市，其中省级检验机构 6 家，地市级检验机构 38 家，区（县）级检验机构 99 家，其他检测机构 48 家，具体分布情况如表 1 所示。在参加的实验室中区（县）级检验机构较多，共 99 家，占比 51.8%；其次是其他检测机构 48 家和地市级检验机构 38 家，分别占比 25.1%和 19.9%；省级检验机构 6 家，占比 3.1%。

表 1 参加实验室分布情况

序号	省份	省级 检验机构	地市级 检验机构	区（县）级 检验机构	其他 检测机构	合计
1	江苏省	6	38	99	47	190
2	内蒙古 自治区	/	/	/	1	1

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 能力验证的通用标准要求》、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。

关于分包：本次能力验证计划，不安排分包活动。

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，采用双考核样的方式进行。共制备三个不同蛋白质含量水平的样品（分别为 A 组、B 组、C 组），组间蛋白质含量差距不等，最终制备的样品中蛋白质含量均在（1.0~10.0）g/100g 之间。

每个实验室发放两个样品（一份）。发样时，随机抽取一定数量 A、B、C 组样品（大概各为发放样品总量的三分之一）按照 AB、AC、BC 的方式随机组合后组成发样样品池，随机抽取一份发放给一个实验室。两份样品均为考核样，均需报送检测结果。

2.3.2 样品制备、包装、标识和发放

本次能力验证采用市售纯牛奶（超高温灭菌乳）作为样品制备原料。考虑到液体乳容易变质的特性，本次能力验证在清洁作业区（无菌室）中开展样品制备工作。制备的样品，分装于无菌塑料瓶，密封保存，每瓶约 50mL。每个浓度制备 250 瓶，三个浓度共计 750 瓶。封装后的样品，加贴标签，注明样品编号，置于（2~8）℃冰箱冷藏保存。

外包装瓶贴有样品编号，按照三个水平分别编号为 A001~A250、B001~B250、C001~C250 的连续编号。所制成的样品，经均匀性、稳定性检验，评价结果均符合要求。均匀性、稳定性检验通过的样品，一起进行二次编号，按“YTR×××”格式，其中“×××”为 001 至 999 的随机数字，具有唯一性，能力验证计划参与实验室无法通过样品外观和样品编号分辨样品所属浓度组别。二次编号后的样品，置于（2~8）℃冰箱冷藏保存。

每个实验室发放两个样品（一份）。发样时，按样品设计方案随机抽取，组合后放给一个实验室。

能力验证样品采用含冰袋的防挤压包装，通过快递方式分发给各参加实验室。同时附有作业指导书等文件。



图 1 能力验证样品

2.3.3 计划日程

2023 年 7 月 26 日前 制定工作计划，设计方案，开始准备工作。

2023 年 8 月 4 日前 制备样品、组织报名等。

2023 年 8 月 15 日前 发放样品。

2023 年 8 月 23 日前 样品测试与结果反馈。

2023 年 10 月 15 日前 数据汇总、统计分析、结果评价等。

2023 年 10 月 31 日前 完成成果提交等工作。

后续，经省局同意或待省局发布能力验证结果通报后，发放结果通知单等。

注：具体时间，根据省局相关工作进度及最新要求实时调整。

2.3.4 样品均匀性和稳定性检验

本次能力验证中，样品的均匀性和稳定性研究，采用 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）检测样品中蛋白质含量。

样品制备好后，从分装到最小包装的三组样品（A、B、C 三组）中，分别随机抽取 10 个样品用于均匀性检验，每个样品分别重复测定 3 次。分别对 A 组样品、B 组样品和 C 组样品中得到的样品测试结果进行单因素方差分析（F 检验法），其中考核样品 A 组、B 组和 C 组的测定结果和分析结果见附录表 A-1-1、A-1-2、A-1-3 所示。从统计数据来看，液体乳中的蛋白质含量的测定结果，在 95%置信度下，计算 A 组、B 组和 C 组三组样品均匀性的 F 值均小于查表值 $F_{0.05}$ ，说明三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 $Ss \leq 0.3\sigma$ 原则对考核样品的均匀性进行进一步验证，确认该能

力验证 A 组、B 组和 C 组考核样品都是均匀的，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）稳定性检验和长期稳定性检验，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。其中样品测定结果和分析结果如附录表 A-2-1、A-2-2、A-2-3、短期稳定性考察在样品发放前进行，采用实际运输条件测试（夏季 8 月），选择此次能力验证参与的机构中最南（苏州市）、省内最北（徐州市）及所有机构最北（内蒙古自治区呼和浩特市）三家进行样品的寄送（每家从 A、B 和 C 三组样品中各随机抽取 3 瓶样品，加冰袋防挤压寄送）。

样品送达后再返回至本实验室，进行样品运输稳定性的测试。待测样品每瓶重复测定两次，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。统计结果见附录表 A-2-1、A-2-2、A-2-3、A-3-1、A-3-2、A-3-3。

结果显示，在 95%置信度下，运输至苏州市（最南）、徐州市（全省最北）及内蒙古自治区呼和浩特市（机构最北）返回后的三组考核样品，其计算 t 值均小于查表的 $t_{0.05}$ 检验临界值，说明短期运输（加冰袋防挤压包装，夏季高温）对样品中的蛋白质含量无显著影响。各参加实验室检测数据回收后，对考核样品 A 组、B 组和 C 组分别采用 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则进行运输稳定性的验证，结果均满足 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ ，进一步验证了考核样品 A 组、B 组和 C 组的运输稳定性。

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（制样后至检验结果回收后）的稳定性，总跨度为 27 天，测定时间间隔按先密后疏的原则设计，分别在第 2 天、6 天、11 天、18 天和 27 天（覆盖样品测试周期），采用简单随机抽样每次从 A 组、B 组和 C 组三组样品中分别抽取 3 瓶样品进行长期稳定性检验，每个样品平行测定 2 次，每次都单独取样。将三组样品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，计算得到的三组样品每个时间点的 t 值均小于查表值 $t_{0.05}$ 检验临界值，表明在 27 天内冷藏储存条件下三组样品都是稳定的，其中考核样品 A 组、B 组和 C 组的结果见附录表 A-3-1、A-3-2、A-3-3。同时，在各参加实验室检测数据回收后，分别采用 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则对三组能力验证样品进行样品长期稳定性验证，结果均满

足 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ ，进一步验证了样品在整个能力验证过程中都是稳定的。

综上，对 A 组、B 组和 C 组三组样品进行短期和长期稳定性检验的结果，说明在 3~6 天内加冰袋（夏季高温）运输条件下，三组液体乳样品中蛋白质含量稳定，因此可以选择加冰袋寄送样品；A 组、B 组和 C 组三组样品在封装后 27 天内保持稳定，即样品在覆盖整个测试环节周期内都是稳定的，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采用 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）或 NY/T 1678-2008《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》进行测定。推荐从中选择实验室常用方法进行样品测试。

本次能力验证项目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当日确认样品状态，并于收样后 5 个工作日内（不含当日）反馈测试结果。测试结果以 g/100g 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。

2.3.6 实验室补测

据省市场监管局相关要求及能力验证计划安排，本能力验证不安排补测活动。

2.4 保密要求

本次计划对每个参加实验室赋予唯一性代码（001-191），对参加实验室信息进行保密。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编号为随机编号，样品随机抽取，能力验证计划参与实验室无法通过样品外观和样品编号分辨样品所属浓度组别。

为确保能力验证工作的公证性，实施单位对参加本次能力验证活动各环节均采取了一定的保密措施。

3 统计设计

本次能力验证结果统计依据 GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》（ISO 13528: 2015）、CNAS-GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》等标准规范中的相关要求进行，对参加者的检测结果按照 A、B、C 三个浓度水平分别进行统计评价。

3.1 统计方法及统计量

1. 数据汇总方法：将所有参加机构两组检测结果按照原 A、B、C 组浓度水平分组汇总，用于后续分析。

2. 数据的初步审核：审阅参加机构的结果报告单和原始记录，剔除明显错误的结果，如单位错误、小数点错误、计算错误或者错报为其他能力验证物品的结果等，这些结果不再计入离群值检验或稳健统计分析。

3. 正态性检验：使用偏态系数和峰态系数法对参加者结果分组进行正态性检验，经正态性检验，三组结果均不符合正态分布。

4. 指定值：本次能力验证项目，对各实验室的结果进行汇总统计后，结合实际判断稳健统计结果满足此次能力验证的评定要求，遂利用中位值作为此次能力验证结果的指定值。具体计算方法如下：

将 p 个测量值由小到大排列，居于中间位置的测量值称为中位值。若 p 为奇数，则第 $(p+1)/2$ 位置的值为中位值；若 p 为偶数，则 $p/2$ 位置值与 $(p/2+1)$ 位置值之和的 $1/2$ 为中位值，计算过程可表示如下：

测量值 $x_1, x_2, \dots, x_p$

$$\text{Med}(x) = \begin{cases} x_{\frac{p+1}{2}} & p \text{ 为奇数} \\ \frac{1}{2}(x_{\frac{p}{2}} + x_{\frac{p}{2}+1}) & p \text{ 为偶数} \end{cases}$$

若 p 为偶数， $\text{Med}(x)$ 计算结果不作修约。

5. 能力评定标准差：采用了算法 A 确定的标准差做为能力评定标准差。具体计算方法如下：

(1) 将 p 个数据按递增次序排列 $X_1, X_2, \dots, X_p$ 。数据的稳健平均值和稳健标准差分别记为 X^* 和 S^* 。

(2) 计算 X^* 的初始值 $\text{Med}(X)$ ， S^* 的初始值 MADe ，即

$$X^* = \text{Med}(X), S^* = \text{MADe} = 1.483 \times \text{Med}|X_i - \text{Med}(X)|;$$

(3) 通过缩尾变换原始数据 X_i ，设 $\delta = 1.5s^*$ ，将每个 X_i ($i=1, 2, \dots, p$) 转换为 X_i^* ，即

$$X_i^* = \begin{cases} X^* - \delta, & \text{若 } X_i < X^* - \delta \\ X^* + \delta, & \text{若 } X_i > X^* + \delta \\ X_i, & \text{否则} \end{cases}$$

(4) 计算新的 X^* 和 S^* ： $X^* = \sum X_i^* / p$

$$S^* = 1.134 \sqrt{\sum (X_i^* - X^*)^2 / (p - 1)}$$

重复步骤（3）～（4），利用变换的新数据，不断更新 X^* 和 S^* ，直至过程收敛。这是一个迭代计算的过程，收敛的判定准则是更新的稳健平均值 X^* 和更新的稳健标准差 S^* 的第三位有效数在连续二代迭代中不再变化时，即可认为过程收敛。

本次能力验证涉及的统计量有：结果总数 N ，指定值，能力评定标准差等。

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，按式下计算：

$$z = (x_i - x_{pt}) / \sigma_{pt}$$

式中： x_i - 实验室检测结果；

x_{pt} - 指定值；

σ_{pt} - 能力评定标准差。

z 值的大小代表实验室报送结果（ x_i ）与指定值（ x_{pt} ）的偏离程度，而符号“+”和“-”代表偏离方向。

本计划按以下准则评价参加者的结果，即：

当 $|z| < 3.0$ 时，检测结果为满意；

当 $|z| \geq 3.0$ 时，检测结果为不满意（离群）。

本次能力验证，每个参加实验室发放两个考核样品，两个样品结果均为“满意”，能力评定为“满意”，判定为“合格”；至少有一个样品结果为“不满意”，能力评定为“不满意”，判定为“不合格”。

3.3 指定值的不确定度

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。

本次能力验证参加者为通过食品领域相应 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标准方法（其中 190 家机构使用 GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）测定，1 家机构使用 NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》测定），所有机构在

检测过程中，均按标准使用标准滴定溶液进行滴定或使用标准物质绘制工作曲线，设备均经过计量检定或校准。

4 统计处理及能力评价

4.1 检测结果初审

经数据初审，所有参加者的结果均未发现明显错误的结果，所有结果均参与后续统计。回收的实验室检测结果及 z 值分布见附表 B-1、图 B-1~6。

4.2 结果的统计分析

首先使用偏态系数和峰态系数法对参加者结果分组进行正态性检验，A、B、C 三组的偏态系数分别为：0.27、3.41、0.25，B 组的偏态系数大于临界值 0.35；峰态系数分别为 7.24、33.86、7.10，三组的峰态系数均未落于临界值区间内，故三组结果均不符合正态分布。根据统计分析设计原则，此次能力验证计划采用参加者结果的中位值和算法 A 确定的稳健标准差分别作为结果的指定值和能力评定标准差。A、B、C 三组样品测试结果分别见附录表 B-1，其产生的统计量见表 2。以所有的参加实验室的结果作为样本进行统计分析，得到 A 组样品的指定值（中位值）为 3.52g/100g，能力评定标准差 σ_A 为 0.03210g/100g，稳健变异系数为 0.91%；B 组样品的指定值（中位值）为 3.91g/100g，能力评定标准差 σ_B 为 0.03502g/100g，稳健变异系数为 0.90%；C 组样品的指定值（中位值）为 4.67g/100g，能力评定标准差 σ_C 为 0.04842g/100g，稳健变异系数为 1.04%。

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 0.91%，B 组样品的稳健变异系数为 0.90%，C 组样品的稳健变异系数为 1.04%，均小于标准精密度要求（ $\leq 10\%$ ），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。汇总表见表 2。

表 2 统计样检测结果统计量汇总表

样品组别	结果数量	平均值 (g/100g)	最小值 (g/100g)	最大值 (g/100g)	中位值 (指定值) (g/100g)	稳健变异系数 CV (%)	稳健标准差* (g/100g)
A 组	119	3.52	3.34	3.72	3.52	0.91	0.03210
B 组	124	3.91	3.53	4.75	3.91	0.90	0.03502

C 组	139	4.67	4.43	4.97	4.67	1.04	0.04842
-----	-----	------	------	------	------	------	---------

*——表格中的稳健标准差只显示为四位有效数字，实际计算时采用全数值进行计算。

A 组指定值的标准不确定度为： $u_{x_A} = 1.25 \times \frac{0.03210}{\sqrt{119}} = 0.003678 \text{ g/100g}$,

$u_{x_A} < 0.3\sigma_A$ ，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： $u_{x_B} = 1.25 \times \frac{0.03502}{\sqrt{124}} = 0.003931 \text{ g/100g}$,

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

C 组指定值的标准不确定度为： $u_{x_C} = 1.25 \times \frac{0.04842}{\sqrt{139}} = 0.005133 \text{ g/100g}$,

$u_{x_C} < 0.3\sigma_C$ ，C 组指定值的不确定度对能力评价的影响可以忽略。

根据各机构反馈的检测结果，按附表 B-1 列出的能力验证评价统计量，计算各实验室检测结果的 z 值，评价结果。

本次能力验证共发出样品 191 份，最终回收结果 191 份，全部机构均按要求反馈结果，未出现临时不参加机构。

实际参加的 191 家机构中，结果合格的机构为 173 家，占总数的 90.6%；结果不合格的机构为 18 家，占总数的 9.4%。实际参加的 180 家应参加机构中，结果合格的机构为 163 家，占总数的 90.6%；结果不合格的机构为 17 家，占总数的 9.4%。

在 191 家实验室，共计 382 份检测结果中，18 家实验室共计 22 份检测结果不满意，不满意实验室占比 9.42%，不满意结果占比 5.76%。检测实验室统计及结果 z 值分布见表 3，给出实验室检测结果 z 比分数柱状图见附图 B-4~6，可直观描述检测实验室结果数据偏离程度和方向。

表 3 检测实验室 z 值分布

z 值范围	实验室代码	实验室数量	占比 (%)
两组结果 $ z $ 均小于 3.0	001~025、027~031、033~051、053~054、056~082、084~089、091~095、097~099、101~105、107~111、113~118、120~133、135~140、142~153、157~166、168~185、187~191	173	90.58

有一组结果 $ z $ 大于等于 3.0	032、052、055、090、100、106、112、119、134、154、155、156、167、186	14	7.33
两组结果 $ z $ 均大于等于 3.0	026、083、096、141	4	2.09

由表 3 看出，大多数实验室两组结果 $|z|$ 均小于 3.0，占参加实验室总数的 90.58%。

从检测方法与结果的对应关系看，仅编号为 177 的机构使用 NY/T 1678-2008 进行样品检测，且其结果 $|z|$ 小于 3.0。

5 技术分析及建议

本次能力验证，在样品制备之前，项目实施机构已对 GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）和 NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》两种方法测试样品的结果进行比较确认，使用两种方法对采购的同一瓶质控样品进行测定，结果表明两种方法对样品测试结果无显著影响（见附录 C）。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及建议如下：

1) 人员因素，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疏忽可能导致最终结果的偏离；人员对技术关键点的掌握程度，会对检测结果有较大影响。项目运作中，我们了解到，部分机构存在长期未开展该项目检验、人员对标准的理解不够透彻，对仪器设备的操作不够熟练等情况，这也是造成数据偏差较大的因素之一。

2) 相关检验仪器、设备工作状态不佳，所建立方法待完善

相关检验仪器、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。建议在开展样品测试前，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最佳后再开始检测。样品测试时，应对产生的干扰因素，及时采取应对措施。如 025 实验室提供的原始记录显示，所用凯氏定氮仪型号为 Kjelttec 8400，其能力验证样品中空白滴定体积为 0.042mL，134 实验室提供的原始记录显示，所用凯氏定氮仪型号为 Kjelttec 8400，其能力验证样品中空白滴定

体积为 0.0196mL，空白滴定体积较小。与该型号设备厂商所提供手册中明确建议的最佳空白值为 0.05mL~0.15mL 有一定差距。建议从仪器方法、仪器分析条件、人员操作等方面查找原因，针对性改进。

3) 取样量及样品前处理

实际检测过程中，样品前处理操作不当，或者前处理过程中造成目标物损失，可能导致测定结果的不准确。取样量太小（或不符合标准要求）、取样方式不正确、转移过程目标物损失、定容不准确等，一定程度上会影响检测结果的准确性。如标准方法要求称样量应保证含有约 30mg-40mg 氮，但 083、186 实验室提供的原始记录显示，检验人员实际称样量仅 1g 左右（含氮量不足 10mg），这可能会对结果有一定影响。另外，取样方式及前处理准确性差异也会对结果造成一定影响，如称取液体乳于凯氏消化管时，应避免样品沾附于管壁造成消化不完全，导致最终测量结果不准确。

4) 标准滴定溶液及标准物质

标准滴定溶液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。标准滴定溶液、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、标准滴定溶液的标准值、浓度变化，从而影响检测结果的准确性，最终影响样品检测结果。在实际工作中，建议机构注意标准物质、标准滴定溶液的有效期，并注意储存条件。同时应注意标准滴定溶液的配制和标定、标准工作溶液系列的配制等环节操作的规范性和准确性。

本次能力验证中，141 实验室提供的原始记录显示配制、标定标准滴定溶液的依据为 GB/T 602-2016，查无此标准，实验室配制、标定标准滴定溶液的方法与该标准实际不符；052 实验室提供的原始记录显示配制、标定标准滴定溶液的依据为 GB/T 601-2016《化学试剂 标准滴定溶液的制备》，该标准中 3.6 规定“标定标准滴定溶液的浓度时，需两人进行实验，分别做四平行，每人四平行标定结果相对极差不得大于相对重复性临界极差 $[CR_{0.95}(4), =0.15\%]$ ，两人共八平行标定结果相对极差不得大于相对重复性临界极差 $[CR_{0.95}(8), =0.18\%]$ ”。实际该实验室检验人员 1 四平行标定结果相对极差为 1.36%，检验人员 2 四平行标定结果相对极差为 0.39%，两人共八平行标定结果相对极差为 1.36%，远高于标准要求。167 实验室提供的原始记录显示所用标准滴定溶液浓度为 $c(\text{HCl})=0.1073\text{mol/L}$ ，高于

GB/T 601-2016《化学试剂 标准滴定溶液的制备》中 3.5 “制备标准滴定溶液的浓度应在规定浓度的 $\pm 5\%$ 范围以内”的相关要求。在进行能力验证样品检测前，建议对标准物质、标准滴定溶液进行核查，必要时重新配制标准储备溶液或标准滴定溶液。同时应注意确保标准工作溶液、标准滴定溶液浓度准确性和合理性。

5) 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。从上报材料看，大部分机构均未反馈质控情况，如机构未采取有效措施对检测过程进行质量控制，可能会影响对检测结果的判断。检测结果精密度也会一定程度上影响检测结果。134 实验室原始记录有机构提供的原始记录显示，YTR725 号样品进行测定时，两个平行测定结果出现了精密度较大的问题，精密度 6.32%，但是由于样品蛋白质浓度较高，两个平行样之间的绝对差值达到了 0.28g/100g，相差较大。机构在进行相关测量时候，在样品量充足的情况下，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。

6) 对检验标准理解、重视不够

本次能力验证，047 实验室报送的结果及原始记录中显示，未按检验标准要求开展样品测试，该实验室选用标准滴定液浓度为 $c(1/2H_2SO_4)=0.5000mol/L$ ，未经稀释就用于样品的滴定，是标准要求浓度的 10 倍。这可能造成较大滴定结果偏差。

7) 结果报告出具和审核把关

报告出具和审核把关不严，可能导致数据报送的问题。如结果报告单与原始记录结果不一致的情况。

152 实验室报送的结果及原始记录中显示，YTR449 号样品原始记录平行测定结果为 3.529g/100g，3.537g/100g，测试结果报告单中填写平行测定结果为 3.526g/100g，3.536g/100g；YTR836 原始记录平行测定结果为 3.936g/100g，3.916g/100g，测试结果报告单中填写平行测定结果为 3.938g/100g，3.927g/100g。

8) 其他

各机构检测系统差异、容器污染、仪器管路带入、样品传递、保存等因素，也会一定程度上影响检测结果。

综上,建议各相关机构,特别是结果不满意的机构,结合实际仔细查找原因,持续改进,不断提高实验室管理水平和检测能力水平。

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由南京食药检院完成。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,有助于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,为省局对本级食品安全抽检监测承检机构工作质量考核提供了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液体乳为基质,有利于样品的制备。制备过程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) 参加实验室覆盖面较大,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内 13 个直辖市及能蒙古自治区呼和浩特市,共有 191 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)、系统外实验室等其他实验室。本次能力验证参加实验室覆盖面较大,具有一定的代表性。

(3) 能力验证实施严谨,获得相关机构的广泛认可

本次能力验证从方案的设计到实施,得到了省局领导及各位技术专家的大力帮助和指导,在此表示感谢。本次能力验证项目进展顺利有序,获得了组织机构的肯定,也获得了相关机构的广泛认可。

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能力评价指南》
- [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、稳定性检验数据记录

表 A-1-1 样品 A 组均匀性检验数据汇总表

样品编号	$x_{i,1}$	$x_{i,2}$	$x_{i,3}$	$\bar{x}_i$
A049	3.49	3.51	3.47	3.490
A062	3.47	3.52	3.54	3.510
A079	3.54	3.55	3.54	3.543
A094	3.53	3.54	3.49	3.520
A133	3.55	3.51	3.55	3.537
A161	3.55	3.50	3.51	3.520
A202	3.51	3.50	3.54	3.517
A203	3.51	3.56	3.51	3.527
A205	3.50	3.50	3.54	3.513
A234	3.53	3.51	3.56	3.533
$\bar{x}_A$ 均匀性=3.521				
样品间均方 $MS_1=0.000697$ ，样品内均方 $MS_2=0.000610$				
$*S_{SA}=0.005375$ ， $\# \sigma_A=0.03210$				
$F_A=1.142$ ， $F_{0.05}(9, 20)=2.393$				
$F_A < F_{0.05}$ ， $S_{SA} \leq 0.3 \sigma_A$ ，则 A 组样品是均匀的				

*Ss 为样品之间的不均匀性标准偏差；#σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

评价：经单因素方差分析（F 检验法）和 $Ss \leq 0.3 \sigma$ 原则验证，样品 A 中蛋白质是均匀的，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 组均匀性检验数据汇总表

样品编号	$x_{i,1}$	$x_{i,2}$	$x_{i,3}$	$\bar{x}_i$
B027	3.91	3.91	3.96	3.927
B067	3.92	3.95	3.95	3.940
B069	3.98	3.93	3.91	3.940
B086	3.88	3.86	3.94	3.893
B090	3.93	3.96	3.94	3.943
B151	3.94	3.94	3.88	3.920
B177	3.92	3.94	3.96	3.940
B203	3.94	3.84	3.85	3.877
B235	3.94	3.85	3.95	3.913
B240	3.94	3.88	3.91	3.910
$\bar{x}_B \text{ 均匀性 } = 3.920$				
样品间均方 $MS_1=0.001507$ ，样品内均方 $MS_2=0.001297$				
$*S_{SB}=0.008374$ ， $\# \sigma_B=0.03502$				
$F_B=1.162$ ， $F_{0.05}(9, 20)=2.393$				
$F_B < F_{0.05}$ ， $S_{SB} \leq 0.3 \sigma_B$ ，则 B 组样品是均匀的				

*Ss 为样品之间的不均匀性标准偏差；#σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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 中蛋白质是均匀的，样品不均匀性标准偏差不影响实验室能力评价。

表 A-1-3 样品 C 组均匀性检验数据汇总表

样品编号	$x_{i,1}$	$x_{i,2}$	$x_{i,3}$	$\bar{x}_i$
C021	4.65	4.59	4.63	4.623
C030	4.69	4.72	4.66	4.690
C083	4.64	4.72	4.68	4.680
C093	4.72	4.68	4.65	4.683
C103	4.67	4.70	4.62	4.663
C167	4.62	4.71	4.64	4.657
C185	4.66	4.71	4.61	4.660
C192	4.65	4.69	4.60	4.647
C221	4.71	4.67	4.73	4.703
C233	4.72	4.65	4.73	4.700
$\bar{x}_C \text{ 均匀性}=4.671$				
样品间均方 $MS_1=0.00191$ ，样品内均方 $MS_2=0.00159$				
$*S_{Sc}=0.010322$ ， $\# \sigma_C=0.04842$				
$F_C=1.201$ ， $F_{0.05}(9, 20)=2.393$				
$F_C < F_{0.05}$ ， $S_{Sc} \leq 0.3 \sigma_C$ ，则 C 组样品是均匀的				

* S_s 为样品之间的不均匀性标准偏差； $\# \sigma$ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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 C 中蛋白质是均匀的，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 组短期稳定性检验数据汇总表

寄送地点	样品编号	$y_{i,1}$	$y_{i,2}$	$\bar{y}_A$ 短期稳定性	t 值
苏州 (往返 3 天)	A052	3.52	3.51	3.518	0.25
	A176	3.53	3.51		
	A218	3.50	3.54		
徐州 (往返 3 天)	A109	3.50	3.53	3.513	0.72
	A119	3.51	3.53		
	A250	3.50	3.51		
内蒙古 (往返 6 天)	A077	3.47	3.49	3.517	0.37
	A174	3.53	3.55		
	A213	3.55	3.51		
$t_{0.05}=2.03, \sigma_A=0.03210, \bar{x}_A \text{ 均匀性}=3.521$					
$ t_{A \text{ 苏州}} < t_{0.05}, \text{ 且 } \bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 短期稳定性} = 0.003 \leq 0.3\sigma_A = 0.009630;$					
$ t_{A \text{ 徐州}} < t_{0.05}, \text{ 且 } \bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 短期稳定性} = 0.008 \leq 0.3\sigma_A = 0.009630;$					
$ t_{A \text{ 内蒙古}} < t_{0.05}, \text{ 且 } \bar{x}_A \text{ 均匀性} - \bar{y}_A \text{ 短期稳定性} = 0.004 \leq 0.3\sigma_A = 0.009630;$					
A 组样品在运输过程中是稳定的					

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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 3-6 天的运输过程（加冰袋）不影响液体乳中蛋白质的待测量值。

表 A-2-2 样品 B 组短期稳定性检验数据汇总表

寄送地点	样品编号	$y_{i,1}$	$y_{i,2}$	$\bar{y}_B$ 短期稳定性	t 值
苏州 (往返 3 天)	B165	3.90	3.92	3.923	-0.19
	B194	3.93	3.95		
	B237	3.91	3.93		
徐州 (往返 3 天)	B017	3.92	3.91	3.917	0.23
	B038	3.87	3.93		
	B174	3.92	3.95		
内蒙古 (往返 6 天)	B037	3.90	3.92	3.925	-0.30
	B201	3.92	3.94		
	B209	3.92	3.95		
$t_{0.05}=2.03, \sigma_B=0.03502, \bar{x}_B \text{ 均匀性}=3.920$					
$ t_{B \text{ 苏州}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 短期稳定性} = 0.003 \leq 0.3\sigma_B = 0.01050$; $ t_{B \text{ 徐州}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 短期稳定性} = 0.004 \leq 0.3\sigma_B = 0.01050$; $ t_{B \text{ 内蒙古}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 短期稳定性} = 0.005 \leq 0.3\sigma_B = 0.01050$; B 组样品在运输过程中是稳定的					

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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 3-6 天的运输过程（加冰袋）不影响液体乳中蛋白质的待测量值。

表 A-2-3 样品 C 组短期稳定性检验数据汇总表

寄送地点	样品编号	$y_{i,1}$	$y_{i,2}$	$\bar{y}_C$ 短期稳定性	t 值
苏州 (往返 3 天)	C027	4.65	4.68	4.675	-0.25
	C039	4.65	4.70		
	C134	4.69	4.68		
徐州 (往返 3 天)	C008	4.69	4.65	4.673	-0.15
	C122	4.66	4.70		
	C211	4.68	4.66		
内蒙古 (往返 6 天)	C045	4.68	4.72	4.683	-0.72
	C111	4.67	4.68		
	C140	4.70	4.65		
$t_{0.05}=2.03, \sigma_C=0.04842, \bar{x}_C \text{ 均匀性}=4.671$					
$ t_{C \text{ 苏州}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_C \text{ 均匀性} - \bar{y}_C \text{ 短期稳定性} = 0.004 \leq 0.3\sigma_C = 0.01452$;					
$ t_{C \text{ 徐州}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_C \text{ 均匀性} - \bar{y}_C \text{ 短期稳定性} = 0.002 \leq 0.3\sigma_C = 0.01452$;					
$ t_{C \text{ 内蒙古}} < t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_C \text{ 均匀性} - \bar{y}_C \text{ 短期稳定性} = 0.012 \leq 0.3\sigma_C = 0.01452$;					
C 组样品在运输过程中是稳定的					

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

评价：经 t 检验计算和 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 原则验证，样品 C 在经过运输过程后是稳定的，说明 3-6 天的运输过程（加冰袋）不影响液体乳中蛋白质的待测量值。

表 A-3-1 样品 A 组长期稳定性检验数据汇总表

取样时间	2023.08.05			2023.08.09		
长期稳定性	A058	A114	A195	A046	A140	A235
	3.51	3.50	3.51	3.51	3.51	3.52
	3.52	3.52	3.53	3.53	3.49	3.53
t 值	0.57			0.56		
$\bar{y}_A$ 长期稳定性	3.515			3.515		
取样时间	2023.08.14			2023.08.21		
长期稳定性	A186	A201	A237	YTR375	YTR687	YTR621
	3.54	3.47	3.53	3.52	3.51	3.53
	3.54	3.53	3.53	3.52	3.54	3.51
t 值	-0.21			-0.06		
$\bar{y}_A$ 长期稳定性	3.523			3.522		
取样时间	2023.08.30			/		
长期稳定性	YTR653	YTR668	YTR021	/	/	/
	3.50	3.50	3.51	/	/	/
	3.52	3.52	3.53	/	/	/
t 值	0.72			/		
$\bar{y}_A$ 长期稳定性	3.513			/		
$t_{0.05}=2.03$ ， $\bar{x}_A$ 均匀性=3.521， $\sigma_A=0.03210$						
$ t_A <t_{0.05}$ ，且 $ \bar{x}_A$ 均匀性 - $\bar{y}_A$ 长期稳定性 均小于 $0.3\sigma_A$ ，则 A 组样品在长期储存过程中是稳定的						

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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=2.03，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 (2~8)℃ 冰箱冷藏储存条件下样品 A 中蛋白质是稳定的。

表 A-3-2 样品 B 组长期稳定性检验数据汇总表

取样时间	2023.08.05			2023.08.09		
长期稳定性	B004	B105	B108	B104	B176	B221
	3.92	3.92	3.92	3.94	3.92	3.91
	3.92	3.92	3.91	3.93	3.93	3.93
t 值	0.13			-0.41		
$\bar{y}_B$ 长期稳定性	3.918			3.927		
取样时间	2023.08.14			2023.08.21		
长期稳定性	B060	B132	B243	YTR284	YTR856	YTR299
	3.91	3.93	3.93	3.91	3.92	3.94
	3.93	3.91	3.95	3.93	3.94	3.90
t 值	-0.41			-0.19		
$\bar{y}_B$ 长期稳定性	3.927			3.923		
取样时间	2023.08.30			/		
长期稳定性	YTR369	YTR003	YTR696	/	/	/
	3.92	3.91	3.92	/	/	/
	3.93	3.89	3.92	/	/	/
t 值	3.915			/		
$\bar{y}_B$ 长期稳定性	0.35			/		
$t_{0.05}=2.03$, $\bar{x}_B$ 均匀性=3.920, $\sigma_B=0.03502$						
$ t_B <t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_B \text{ 均匀性} - \bar{y}_B \text{ 长期稳定性} $ 均小于 $0.3\sigma_B$, 则 B 组样品在长期储存过程中是稳定的						

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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=2.03，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 (2~8) °C 冰箱冷藏储存条件下样品 B 中蛋白质是稳定的。

表 A-3-3 样品 C 组长期稳定性检验数据汇总表

取样时间	2023.08.05			2023.08.09		
长期稳定性	C050	C174	C223	C107	C209	C236
	4.67	4.67	4.68	4.68	4.66	4.68
	4.67	4.67	4.65	4.68	4.68	4.68
t 值	0.14			-0.35		
$\bar{y}_C$ 长期稳定性	4.668			4.677		
取样时间	2023.08.14			2023.08.21		
长期稳定性	C003	C117	C170	YTR861	YTR547	YTR791
	4.66	4.67	4.70	4.59	4.70	4.71
	4.66	4.68	4.66	4.70	4.68	4.69
t 值	-0.06			-0.41		
$\bar{y}_C$ 长期稳定性	4.672			4.678		
取样时间	2023.08.30			/		
长期稳定性	YTR306	YTR526	YTR914	/	/	/
	4.67	4.67	4.67	/	/	/
	4.68	4.67	4.66	/	/	/
t 值	0.04			/		
$\bar{y}_C$ 长期稳定性	4.670			/		
$t_{0.05}=2.03$, $\bar{x}_C$ 均匀性=4.671, $\sigma_C=0.04842$						
$ t_c <t_{0.05}$, 且 $ \bar{x}_C$ 均匀性 - $\bar{y}_C$ 长期稳定性 均小于 $0.3\sigma_C$, 则 C 组样品在长期储存过程中是稳定的						

σ 是参加此次能力验证计划实验室的回收数据的稳健标准差；各测定值及均值单位：g/100g。

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=2.03，且 $|\bar{x}_C \text{ 均匀性} - \bar{y}_C \text{ 长期稳定性}| \leq 0.3\sigma$ ，则在整个能力验证过程中在 (2~8)℃ 冰箱冷藏储存条件下样品 C 中蛋白质是稳定的。

附录 B 能力验证参加单位报送结果及评价

表 B-1 实验室检测结果评价表

实验室代码	样品编号	测定值(g/100g)	对应浓度组别	z 值	样品编号	测定值(g/100g)	对应浓度组别	z 值	评价结果
001	YTR430	3.95	B	1.1	YTR498	3.55	A	0.9	满意
002	YTR590	4.63	C	-0.8	YTR129	3.87	B	-1.1	满意
003	YTR474	3.47	A	-1.6	YTR594	3.91	B	0.0	满意
004	YTR524	3.48	A	-1.2	YTR950	3.87	B	-1.1	满意
005	YTR246	4.65	C	-0.4	YTR377	3.48	A	-1.2	满意
006	YTR489	4.65	C	-0.4	YTR736	3.89	B	-0.6	满意
007	YTR549	3.89	B	-0.6	YTR975	3.50	A	-0.6	满意
008	YTR190	3.95	B	1.1	YTR373	4.73	C	1.2	满意
009	YTR160	3.52	A	0.0	YTR839	4.54	C	-2.7	满意
010	YTR819	3.51	A	-0.3	YTR773	4.66	C	-0.2	满意
011	YTR382	3.56	A	1.2	YTR445	3.93	B	0.6	满意
012	YTR724	4.66	C	-0.2	YTR753	3.61	A	2.8	满意
013	YTR164	4.61	C	-1.2	YTR779	3.48	A	-1.2	满意
014	YTR218	4.72	C	1.0	YTR514	3.53	A	0.3	满意
015	YTR884	3.88	B	-0.9	YTR038	3.51	A	-0.3	满意
016	YTR537	4.65	C	-0.4	YTR838	3.91	B	0.0	满意
017	YTR561	3.52	A	0.0	YTR407	4.61	C	-1.2	满意
018	YTR528	3.50	A	-0.6	YTR710	3.88	B	-0.9	满意
019	YTR266	3.99	B	2.3	YTR789	4.74	C	1.4	满意
020	YTR610	3.53	A	0.3	YTR782	4.70	C	0.6	满意
021	YTR289	3.84	B	-2.0	YTR142	4.60	C	-1.4	满意
022	YTR658	4.57	C	-2.1	YTR516	3.96	B	1.4	满意
023	YTR906	3.87	B	-1.1	YTR911	3.48	A	-1.2	满意
024	YTR592	4.75	C	1.7	YTR718	3.57	A	1.6	满意
025	YTR939	4.71	C	0.8	YTR035	3.53	A	0.3	满意
026	YTR102	3.66	A	4.4	YTR620	4.84	C	3.5	&不满意
027	YTR824	3.55	A	0.9	YTR362	4.68	C	0.2	满意
028	YTR684	3.52	A	0.0	YTR037	3.91	B	0.0	满意
029	YTR517	4.62	C	-1.0	YTR100	3.84	B	-2.0	满意
030	YTR404	4.67	C	0.0	YTR292	3.51	A	-0.3	满意
031	YTR233	3.92	B	0.3	YTR619	4.68	C	0.2	满意
032	YTR507	3.57	B	-9.7	YTR242	4.59	C	-1.7	&不满意
033	YTR334	4.65	C	-0.4	YTR071	3.90	B	-0.3	满意
034	YTR963	4.66	C	-0.2	YTR359	3.90	B	-0.3	满意
035	YTR962	4.66	C	-0.2	YTR938	3.91	B	0.0	满意
036	YTR111	4.74	C	1.4	YTR699	3.60	A	2.5	满意

037	YTR952	3.53	A	0.3	YTR964	4.72	C	1.0	满意
038	YTR671	3.94	B	0.9	YTR708	4.73	C	1.2	满意
039	YTR425	4.70	C	0.6	YTR363	3.53	A	0.3	满意
040	YTR685	4.62	C	-1.0	YTR999	3.88	B	-0.9	满意
041	YTR891	3.49	A	-0.9	YTR632	4.63	C	-0.8	满意
042	YTR768	4.64	C	-0.6	YTR569	3.83	B	-2.3	满意
043	YTR598	3.52	A	0.0	YTR862	4.66	C	-0.2	满意
044	YTR531	3.91	B	0.0	YTR016	4.68	C	0.2	满意
045	YTR051	3.56	A	1.2	YTR321	4.72	C	1.0	满意
046	YTR118	4.72	C	1.0	YTR695	3.93	B	0.6	满意
047	YTR089	3.90	B	-0.3	YTR400	4.67	C	0.0	满意
048	YTR881	4.66	C	-0.2	YTR440	3.49	A	-0.9	满意
049	YTR014	3.98	B	2.0	YTR878	3.58	A	1.9	满意
050	YTR670	3.93	B	0.6	YTR320	3.53	A	0.3	满意
051	YTR996	3.92	B	0.3	YTR957	4.64	C	-0.6	满意
052	YTR775	3.67	B	-6.9	YTR179	4.57	C	-2.1	&不满意
053	YTR128	4.68	C	0.2	YTR506	3.56	A	1.2	满意
054	YTR487	3.56	A	1.2	YTR892	3.96	B	1.4	满意
055	YTR786	4.26	B	10.0	YTR138	3.50	A	-0.6	&不满意
056	YTR062	4.72	C	1.0	YTR126	3.54	A	0.6	满意
057	YTR104	3.93	B	0.6	YTR426	4.68	C	0.2	满意
058	YTR490	3.47	A	-1.6	YTR421	4.65	C	-0.4	满意
059	YTR795	3.50	A	-0.6	YTR333	4.65	C	-0.4	满意
060	YTR298	4.70	C	0.6	YTR559	3.88	B	-0.9	满意
061	YTR921	4.69	C	0.4	YTR834	3.93	B	0.6	满意
062	YTR106	3.53	A	0.3	YTR895	4.68	C	0.2	满意
063	YTR406	3.91	B	0.0	YTR117	3.52	A	0.0	满意
064	YTR174	3.92	B	0.3	YTR137	3.53	A	0.3	满意
065	YTR049	3.93	B	0.6	YTR168	4.70	C	0.6	满意
066	YTR765	4.70	C	0.6	YTR088	3.51	A	-0.3	满意
067	YTR443	3.52	A	0.0	YTR119	4.65	C	-0.4	满意
068	YTR162	4.67	C	0.0	YTR675	3.49	A	-0.9	满意
069	YTR172	3.53	A	0.3	YTR309	4.67	C	0.0	满意
070	YTR673	3.90	B	-0.3	YTR539	4.59	C	-1.7	满意
071	YTR877	3.44	A	-2.5	YTR544	4.55	C	-2.5	满意
072	YTR817	3.50	A	-0.6	YTR755	4.66	C	-0.2	满意
073	YTR020	3.51	A	-0.3	YTR876	4.63	C	-0.8	满意
074	YTR759	3.50	A	-0.6	YTR656	3.91	B	0.0	满意
075	YTR455	3.97	B	1.7	YTR207	4.72	C	1.0	满意
076	YTR860	4.66	C	-0.2	YTR381	3.54	A	0.6	满意
077	YTR646	3.93	B	0.6	YTR885	4.66	C	-0.2	满意
078	YTR036	4.72	C	1.0	YTR211	3.57	A	1.6	满意
079	YTR048	3.52	A	0.0	YTR124	3.92	B	0.3	满意

080	YTR368	4.67	C	0.0	YTR150	3.94	B	0.9	满意
081	YTR543	4.74	C	1.4	YTR797	3.97	B	1.7	满意
082	YTR645	3.90	B	-0.3	YTR185	3.50	A	-0.6	满意
083	YTR858	3.34	A	-5.6	YTR762	3.77	B	-4.0	&不满意
084	YTR358	4.66	C	-0.2	YTR328	3.92	B	0.3	满意
085	YTR293	4.64	C	-0.6	YTR898	3.92	B	0.3	满意
086	YTR184	3.86	B	-1.4	YTR032	4.68	C	0.2	满意
087	YTR215	3.97	B	1.7	YTR410	4.74	C	1.4	满意
088	YTR122	3.93	B	0.6	YTR399	3.52	A	0.0	满意
089	YTR597	4.73	C	1.2	YTR181	3.57	A	1.6	满意
090	YTR972	4.75	B	24.0	YTR917	3.54	A	0.6	&不满意
091	YTR790	3.96	B	1.4	YTR336	4.60	C	-1.4	满意
092	YTR630	3.85	B	-1.7	YTR821	4.68	C	0.2	满意
093	YTR739	3.89	B	-0.6	YTR686	3.50	A	-0.6	满意
094	YTR372	3.88	B	-0.9	YTR574	4.62	C	-1.0	满意
095	YTR206	4.70	C	0.6	YTR260	3.90	B	-0.3	满意
096	YTR435	4.97	C	6.2	YTR943	4.09	B	5.1	&不满意
097	YTR655	3.53	A	0.3	YTR463	4.66	C	-0.2	满意
098	YTR557	4.70	C	0.6	YTR349	3.52	A	0.0	满意
099	YTR720	4.61	C	-1.2	YTR072	3.50	A	-0.6	满意
100	YTR732	4.68	C	0.2	YTR385	3.80	B	-3.1	&不满意
101	YTR948	3.54	A	0.6	YTR357	4.64	C	-0.6	满意
102	YTR366	4.74	C	1.4	YTR804	3.58	A	1.9	满意
103	YTR011	3.47	A	-1.6	YTR826	3.85	B	-1.7	满意
104	YTR728	3.55	A	0.9	YTR241	3.93	B	0.6	满意
105	YTR774	3.53	A	0.3	YTR411	4.65	C	-0.4	满意
106	YTR244	4.82	C	3.1	YTR593	3.60	A	2.5	&不满意
107	YTR468	3.49	A	-0.9	YTR960	3.89	B	-0.6	满意
108	YTR156	3.56	A	1.2	YTR338	4.65	C	-0.4	满意
109	YTR501	4.67	C	0.0	YTR272	3.93	B	0.6	满意
110	YTR480	4.61	C	-1.2	YTR017	3.89	B	-0.6	满意
111	YTR870	4.68	C	0.2	YTR135	3.55	A	0.9	满意
112	YTR866	4.03	B	3.4	YTR991	4.78	C	2.3	&不满意
113	YTR741	3.96	B	1.4	YTR467	4.63	C	-0.8	满意
114	YTR503	3.93	B	0.6	YTR182	4.69	C	0.4	满意
115	YTR934	3.52	A	0.0	YTR191	3.91	B	0.0	满意
116	YTR311	4.63	C	-0.8	YTR078	3.50	A	-0.6	满意
117	YTR771	3.94	B	0.9	YTR175	3.52	A	0.0	满意
118	YTR564	3.91	B	0.0	YTR777	3.55	A	0.9	满意
119	YTR442	3.72	A	6.2	YTR018	3.96	B	1.4	&不满意
120	YTR429	4.69	C	0.4	YTR082	3.52	A	0.0	满意
121	YTR431	4.63	C	-0.8	YTR889	3.91	B	0.0	满意
122	YTR794	3.93	B	0.6	YTR203	4.76	C	1.9	满意

123	YTR345	4.72	C	1.0	YTR314	3.59	A	2.2	满意
124	YTR961	3.92	B	0.3	YTR900	4.56	C	-2.3	满意
125	YTR230	3.49	A	-0.9	YTR935	4.64	C	-0.6	满意
126	YTR050	3.51	A	-0.3	YTR731	3.91	B	0.0	满意
127	YTR643	4.64	C	-0.6	YTR854	3.52	A	0.0	满意
128	YTR446	3.56	A	1.2	YTR323	4.69	C	0.4	满意
129	YTR582	3.51	A	-0.3	YTR606	3.89	B	-0.6	满意
130	YTR361	3.56	A	1.2	YTR604	4.73	C	1.2	满意
131	YTR438	4.72	C	1.0	YTR029	3.97	B	1.7	满意
132	YTR276	3.52	A	0.0	YTR214	4.68	C	0.2	满意
133	YTR714	3.90	B	-0.3	YTR745	3.48	A	-1.2	满意
134	YTR437	3.90	B	-0.3	YTR725	4.43	C	-5.0	&不满意
135	YTR867	4.70	C	0.6	YTR213	3.93	B	0.6	满意
136	YTR534	4.62	C	-1.0	YTR390	3.52	A	0.0	满意
137	YTR951	4.59	C	-1.7	YTR153	3.83	B	-2.3	满意
138	YTR733	4.70	C	0.6	YTR221	3.94	B	0.9	满意
139	YTR634	4.68	C	0.2	YTR444	3.52	A	0.0	满意
140	YTR665	3.90	B	-0.3	YTR364	3.50	A	-0.6	满意
141	YTR219	3.40	A	-3.7	YTR023	4.51	C	-3.3	&不满意
142	YTR585	3.51	A	-0.3	YTR019	3.92	B	0.3	满意
143	YTR518	3.52	A	0.0	YTR308	4.54	C	-2.7	满意
144	YTR649	3.90	B	-0.3	YTR631	4.66	C	-0.2	满意
145	YTR475	3.93	B	0.6	YTR926	4.71	C	0.8	满意
146	YTR151	4.00	B	2.6	YTR637	4.76	C	1.9	满意
147	YTR409	3.54	A	0.6	YTR815	4.70	C	0.6	满意
148	YTR278	3.52	A	0.0	YTR953	3.92	B	0.3	满意
149	YTR225	3.91	B	0.0	YTR176	3.47	A	-1.6	满意
150	YTR641	3.88	B	-0.9	YTR515	3.51	A	-0.3	满意
151	YTR705	3.96	B	1.4	YTR155	4.62	C	-1.0	满意
152	YTR449	3.53	A	0.3	YTR836	3.93	B	0.6	满意
153	YTR395	3.91	B	0.0	YTR945	4.68	C	0.2	满意
154	YTR530	4.65	C	-0.4	YTR107	3.53	B	-10.9	&不满意
155	YTR329	3.80	B	-3.1	YTR605	4.68	C	0.2	&不满意
156	YTR193	3.42	A	-3.1	YTR143	4.58	C	-1.9	&不满意
157	YTR563	4.73	C	1.2	YTR200	3.96	B	1.4	满意
158	YTR157	3.92	B	0.3	YTR297	3.50	A	-0.6	满意
159	YTR337	4.68	C	0.2	YTR750	3.88	B	-0.9	满意
160	YTR662	4.53	C	-2.9	YTR227	3.81	B	-2.9	满意
161	YTR279	3.90	B	-0.3	YTR408	3.50	A	-0.6	满意
162	YTR859	3.90	B	-0.3	YTR195	3.50	A	-0.6	满意
163	YTR457	3.92	B	0.3	YTR313	3.52	A	0.0	满意
164	YTR405	4.70	C	0.6	YTR220	3.52	A	0.0	满意
165	YTR114	4.58	C	-1.9	YTR548	3.48	A	-1.2	满意

166	YTR666	3.52	A	0.0	YTR886	4.71	C	0.8	满意
167	YTR730	4.01	B	2.9	YTR288	3.62	A	3.1	&不满意
168	YTR239	4.71	C	0.8	YTR976	3.98	B	2.0	满意
169	YTR987	3.52	A	0.0	YTR451	3.98	B	2.0	满意
170	YTR735	4.62	C	-1.0	YTR882	3.84	B	-2.0	满意
171	YTR269	3.96	B	1.4	YTR981	4.68	C	0.2	满意
172	YTR678	3.86	B	-1.4	YTR820	3.54	A	0.6	满意
173	YTR280	4.67	C	0.0	YTR757	3.53	A	0.3	满意
174	YTR660	3.53	A	0.3	YTR420	4.70	C	0.6	满意
175	YTR140	3.93	B	0.6	YTR208	4.69	C	0.4	满意
176	YTR384	4.57	C	-2.1	YTR845	3.45	A	-2.2	满意
177	YTR398	3.84	B	-2.0	YTR693	3.57	A	1.6	满意
178	YTR657	3.92	B	0.3	YTR806	3.51	A	-0.3	满意
179	YTR853	3.52	A	0.0	YTR250	4.65	C	-0.4	满意
180	YTR780	3.48	A	-1.2	YTR978	3.84	B	-2.0	满意
181	YTR661	3.47	A	-1.6	YTR672	3.86	B	-1.4	满意
182	YTR462	3.86	B	-1.4	YTR331	3.47	A	-1.6	满意
183	YTR798	3.90	B	-0.3	YTR254	4.69	C	0.4	满意
184	YTR843	4.71	C	0.8	YTR070	3.94	B	0.9	满意
185	YTR850	4.60	C	-1.4	YTR441	3.49	A	-0.9	满意
186	YTR183	3.41	A	-3.4	YTR993	3.82	B	-2.6	&不满意
187	YTR677	3.54	A	0.6	YTR057	4.74	C	1.4	满意
188	YTR523	3.91	B	0.0	YTR043	4.67	C	0.0	满意
189	YTR149	3.93	B	0.6	YTR223	4.68	C	0.2	满意
190	YTR492	4.68	C	0.2	YTR412	3.91	B	0.0	满意
191	YTR105	3.96	B	1.4	YTR275	3.59	A	2.2	满意

注： 1、标“&”的机构至少有一个样品结果为“不满意”（ $|z| \geq 3.0$ ），能力评价“不满意”，结论为不合格（加粗）；

2、表中 z 值显示为 1 位小数，实际进行结果评定时采用全数值进行计算；

3、181~191 号实验室为自愿参加机构。

4、检测方法：编号为 177 的机构使用 NY/T 1678-2008，其余机构均使用 GB 5009.5-2016（第一法）。

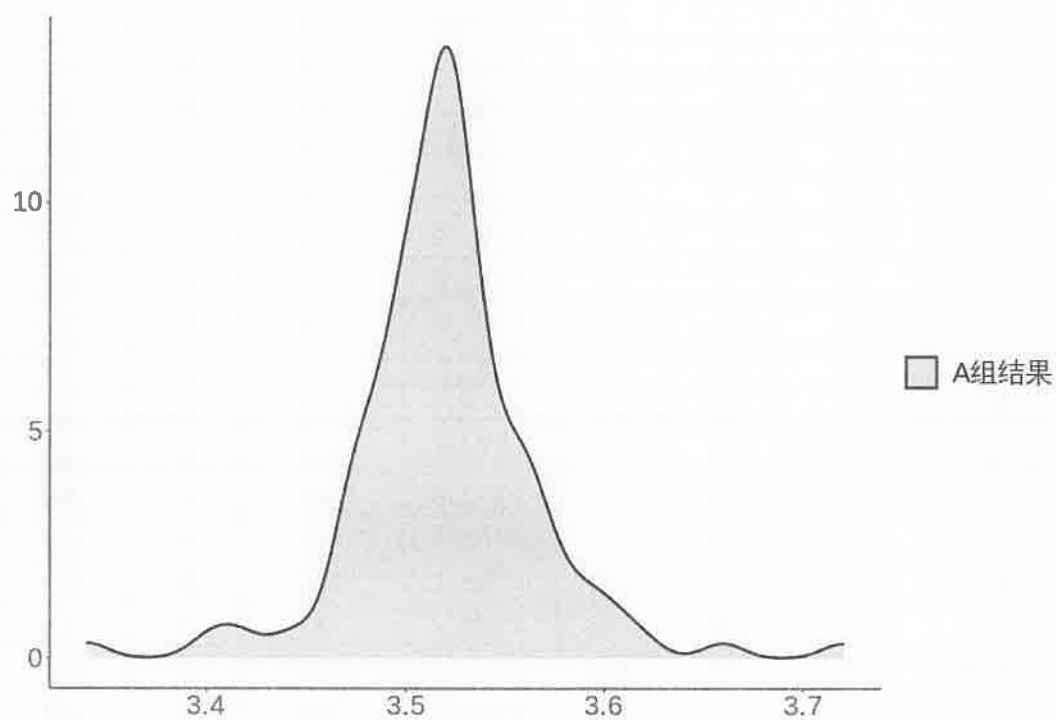


图 B-1 A 组样品实验室检测结果核密度图

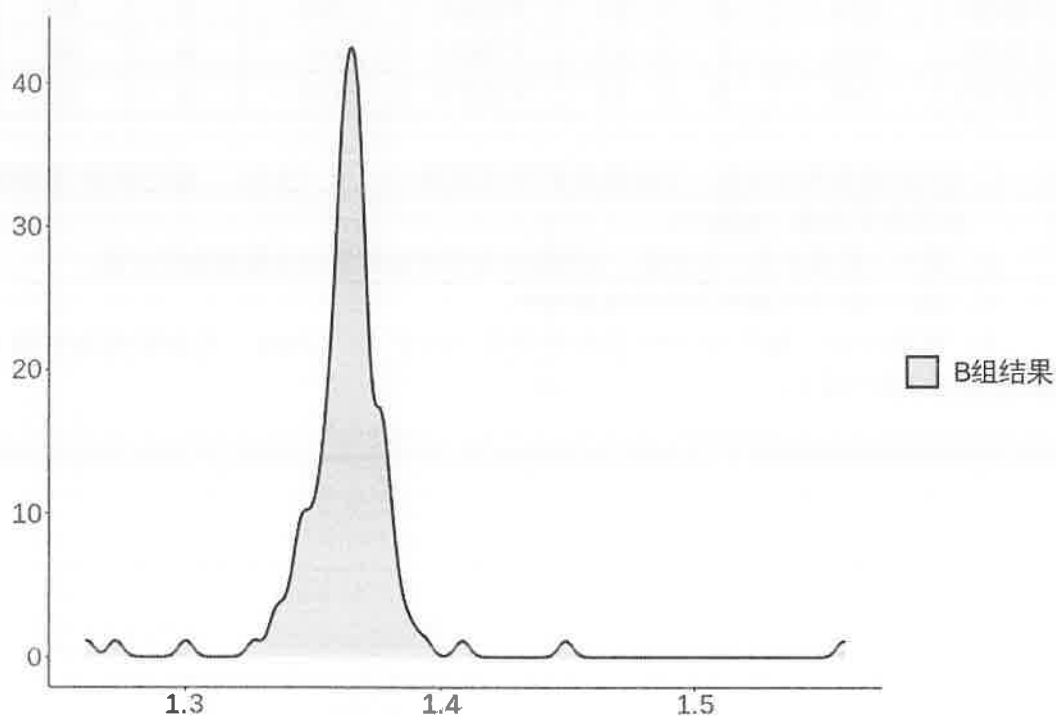


图 B-2 B 组样品实验室检测结果核密度图

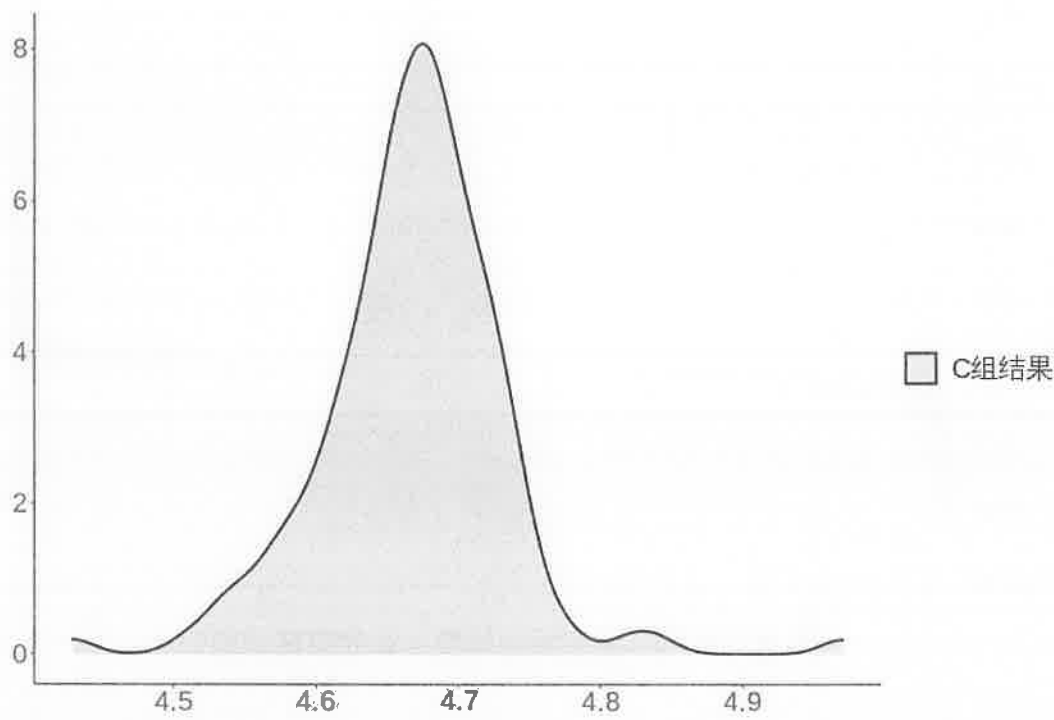


图 B-3 C 组样品实验室检测结果核密度图

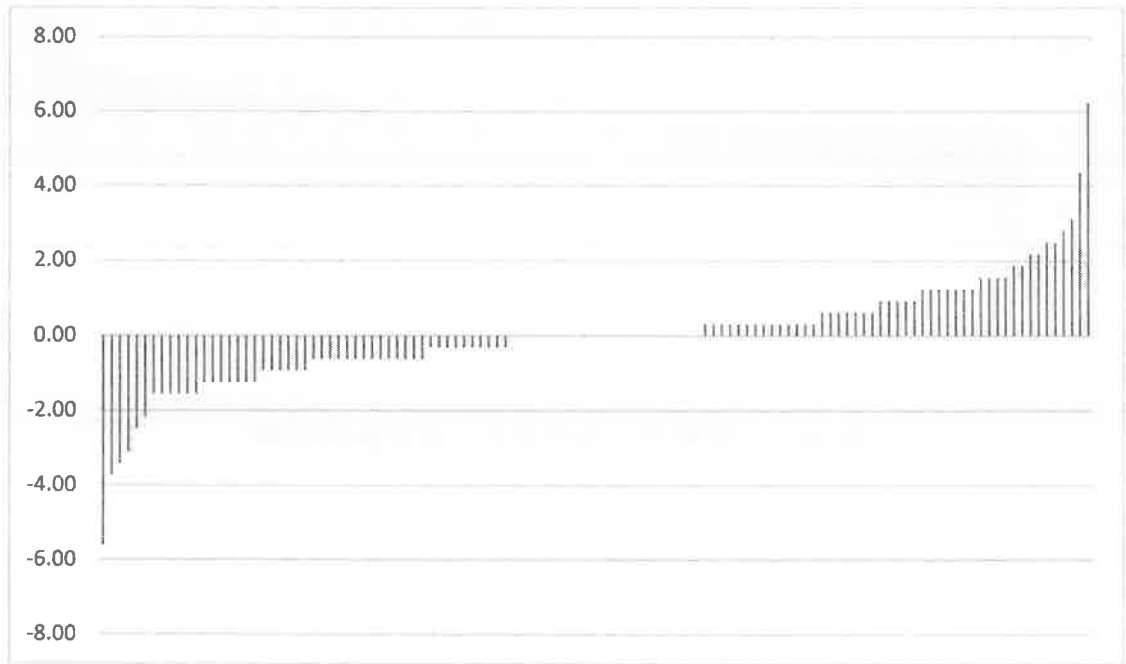


图 B-4 A 组样品实验室结果 z 比分数柱状图

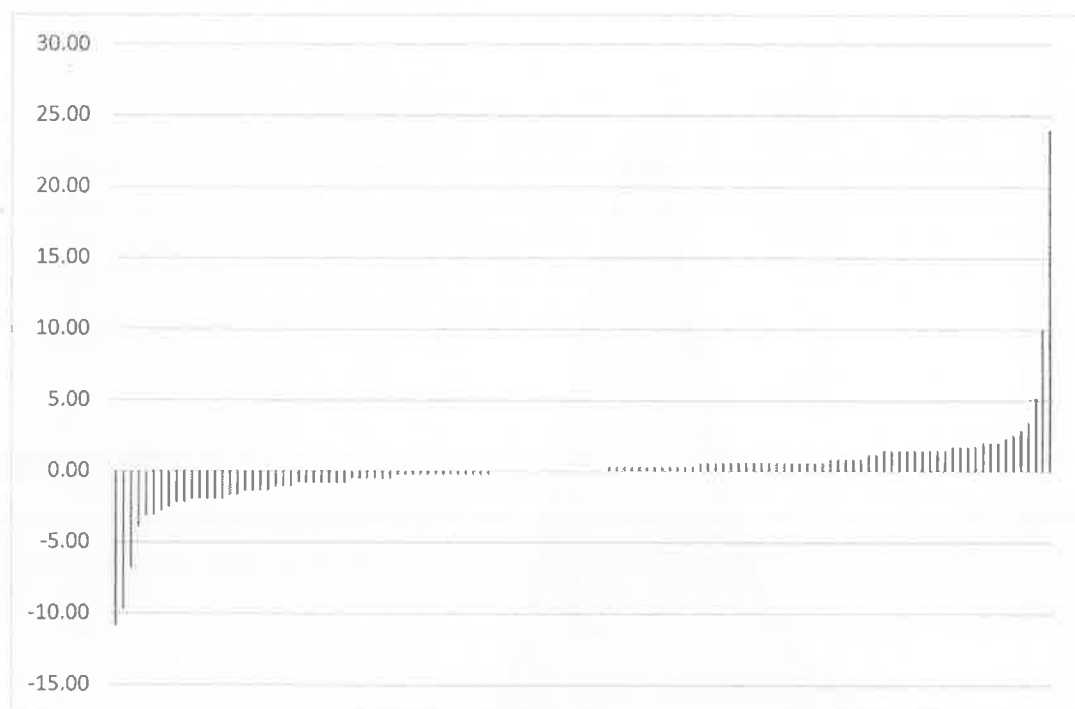


图 B-5 B 组样品实验室结果 z 比分数柱状图

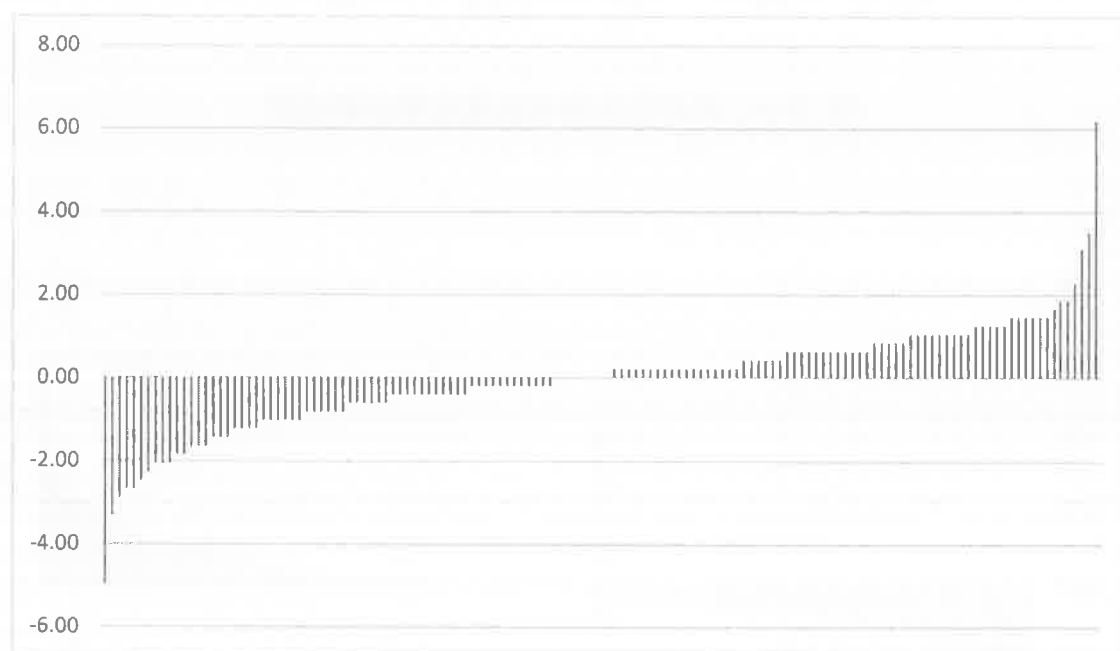


图 B-6 C 组样品实验室结果 z 比分数柱状图

附录 C 不同检测方法的比较

不同检测方法的比较

本次液体乳中蛋白质的测定能力验证，在样品制备前，使用 GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）及 NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》两种方法对采购的同一瓶质控样品进行测定，结果表明两种方法对样品测试结果无显著差异。

表 C-1 质控样品方法等效性检验数据汇总表

结果单位：g/100g

方法名称	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值	方差 s^2
（方法一）	3.22	3.23	3.18	3.16	3.18	3.22	3.20	3.19	3.17	3.20	3.195	0.000539
（方法二）	3.20	3.18	3.12	3.15	3.19	3.15	3.18	3.20	3.18	3.18	3.173	0.000646

注：方法一：GB 5009.5-2016（第一法）；方法二：NY/T 1678-2008。

a) F 检验

方法比对	（方法一、二）
F 值	1.20
$F_{表}$	3.18

$$F = \frac{s_{大}^2}{s_{小}^2}$$

式中： $s_{大}$ ——两组数据中标准偏差大的数值；

$s_{小}$ ——两组数据中标准偏差小的数值。

若 $F_{计算} > F_{表}$ ，说明两组数据的精密度有显著差异；

若 $F_{计算} \leq F_{表}$ ，说明两组数据的精密度无显著差异；按 t 检验法对对比试验结果进行评价。

b) t 检验

方法等效性评价	(方法一、二)
t 值	2.02
t_{α, n_1+n_2-2}	2.10
评价结果	等效

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

式中: $\bar{x}_1$ ——第 1 组测定结果的平均值;

$\bar{x}_2$ ——第 2 组测定结果的平均值;

s ——两组等精度测定结果的合并实验标准差;

n_1 ——第 1 组测定的平行测定次数;

n_2 ——第 2 组测定的平行测定次数;

其中, 两组等精度测定结果的合并实验标准偏差 s 按下式计算:

$$s = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

若 $t > t_{\alpha, n_1+n_2-2}$, 则方法间存在显著性差异, 若 $t \leq t_{\alpha, n_1+n_2-2}$, 则方法间不存在显著性差异。

此次能力验证的检测方法, 从报名结果来看, 机构中采用 GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》(第一法) 占总参加机构数量的 99.5% 以上, 仅一家采用 NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》。统计分析时先将采用 GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》(第一法) 的结果汇总分析后得出指定值和能力评定标准差, 再去验证采用其他方法的结果, 发现采用另一个方法的结果为满意结果, 说明采用不同的方法对指定值和能力评定标准差的影响不明显。

综上所述, 可以认为这两种方法具有等效性。

附录 D 作业指导书

能力验证作业指导书

液体乳中蛋白质的测定（NJSY-PT-202302）

各参加实验室：

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：

在本次能力验证计划中，贵实验室编号为：_____

一、样品说明：

1. 本次能力验证共测试 1 个项目：**蛋白质**。每个实验室提供 2 份样品，每份样品约 50mL，发送给贵实验室的样品编号为 YTR×××、YTR×××（具体以收样为准）。**样品编号标注在样品外层包装上。**

2. 样品为白色液体，**基质为液体乳**，用塑料瓶装，密封并置于冰箱冷藏（2℃-8℃）保存。收到样品后请将样品置于冰箱**冷藏**（2℃-8℃）保存。

3、**请将样品恢复至室温并混匀后再开展测试工作。开封后，尽快取样并密封置于冰箱冷藏（2℃-8℃）保存。**

4. 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。

5. 本次能力验证以邮寄方式发放样品，加冰袋运输。

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

7. 样品确认

7.1 应参加的检验检测机构，在收到样品当日应登录“苏检通”平台进行样品确认，同时填写《能力验证样品接收状态确认表》，扫描后上传（PDF 文件格式：实验室代码+物品确认表），并保留原件。

7.2 自愿参加的检验检测机构，在收到样品当日对样品状态进行确认，填写《能力验证样品接收状态确认表》，扫描后发送至实施机构电子邮箱（PDF 文件格式：实验室代码+物品确认表），并保留原件。

如发现样品包装破损、编号模糊等可能导致无法测试的情况，请立即与实施机构联系，无异常反馈或逾期反馈即视为样品状态良好。

8. 本次能力验证样品中蛋白质的含量范围为：（1.0~10.0）g/100g

9. 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. 样品检验方法为：GB 5009.5-2016 《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》（第一法）或 NY/T 1678-2008 《乳与乳制品中蛋白质的测定 双缩脲比色法》；

2. 本次能力验证计划，建议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，每份样品重复测定两次，取平均值，结果单位 **g/100g**，平均值保留**三位有效数字**（GB 5009.5-2016 第一法中氮换算为蛋白质的系数为**6.38**）。两份样品均需反馈结果。

2. 各检验机构应客观、真实地填写检测结果报告单。

3. 结果上报

3.1 应参加的检验检测机构，应于**2023年8月23日17:00前**完成检测活动，登陆“苏检通”平台线上录入检测结果，并填写《能力验证样品测试结果报告单》(含原始记录及谱图等)扫描后上传(PDF 文件名格式：实验室代码+结果报告单)。

同时，将《能力验证项目报名表》、《能力验证样品接收状态确认表》、《能力验证样品测试结果报告单》(含原始记录及谱图等)纸质原件等材料，一并邮寄至实施机构(以平台填报、寄出邮戳时间为准，逾期无效)。

3.2 自愿参加的检验检测机构，应于**2023年8月23日17:00前**完成检测活动，填写《能力验证样品测试结果报告单》(含原始记录及谱图等)并扫描后发送至实施机构电子邮箱(PDF 文件名格式：实验室代码+结果报告单)。

同时，将《能力验证样品测试结果报告单》(含原始记录及谱图等)、《能力验证项目报名表》、《能力验证样品接收状态确认表》纸质原件等材料，一并寄送至实施机构。(以电子邮件发送时间、寄出邮戳时间为准，逾期无效)。

4、无故未按期提交结果的实验室，其结果将不列入统计。

5、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、应参加本次能力验证机构的结果信息将由省市场监管局组织反馈。

注：相关表格发送至各机构联系人电子邮箱。

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

邮 编：211198

联系人：高孟朝、谢勤

联系电话：025-86822007、18951782960、025-89636116

电子邮箱：njsyy2015@163.com

附录 E 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

计划名称、编号	液体乳中蛋白质的测定 NJSY-PT-202302		
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	025-86822007 18951782960 njsyy2015@163.com	联 系 人	高孟朝
发 送 日 期			
发送状态	☒ 完好 ☐ 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: ☐ 是 ☐ 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。			
2、收到样品后, 若出现包装破损、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, 将原样品寄回发样机构(请注意包装)。无异常反馈或逾期反馈视为样品状态良好。			
3、如有其他情况, 请及时与发样机构联系。			

附录 F 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、编号			液体乳中蛋白质的测定 NJSY-PT-202302			
样品编号						
测试 结果	平行试验		1	2	1	2
	蛋白 质	称样量 (g)				
		结果 (g/100g)				
		平均值 (g/100g)				
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 (或标准滴定溶液浓度)					
	检测方法代号、章节					
	前处理方法					
	检测条件 (包括仪器设备型号及计量有效期等)					
	定量限					
	是否出现方法偏离					
	是否为通过认证认可方法		CMA 认证: ☐ 是 ☐ 否 CNAS 认可: ☐ 是 ☐ 否			
其 他	所采用的方法是否为实验室的常用方法? ☐ 是 ☐ 否					
	其他方法验证? (如有)		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. 平均值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。 4. 表中不涉及的填写“/”。						

附录 G 能力验证样品检测原始记录

检测原始记录至少应包括如下信息

（机构原始记录中已有的信息、前表已有的信息，此处可不填。）

1、样品前处理和检测操作程序与条件（包括称样量、前处理方法简述、检测方法、仪器设备及主要测定条件等）

2、校准方法（如有，请详细描述，主要包括单点校准还是校准曲线，内标法、外标法或标准加入法等，如果使用校准曲线，包括浓度系列）

3、标准物质信息（如有，主要包括证书号、批次号，来源，浓度，是否需要稀释，采用容量法还是重量法稀释，稀释倍数等）

4、检测结果的计算（包括计算公式及公式中各符号所代表的意义，计算结果、相对偏差等）

5、质控措施（包括质控标准信息 & 检测情况）：

6、其他需要说明的情况（非必填）：