

LSJC-BD21-011

粮食（小麦）水分、容重检测
实验室间比对技术报告



2021 年 11 月 26 日

组织机构：国家粮食和物资储备局粮油质量检验检测中心

实施机构：能力验证网（烟台联食检测科技有限公司）

食品伙伴网（烟台富美特信息科技股份有限公司）

联系地址：山东省烟台市芝罘区海特路 29 号

邮政编码：264000

电话：0535-2129197

邮箱：pt@foodmate.net

网址：www.labptp.com

策划委员会及专家：谢刚 王光杰 高雪 王丽 李树朋

赵敏 王佳雅 李钧 杨玲 谷建昀

计划联系人：杨玲 王佳雅

项目负责人：王光杰

报告编制人：赵敏

报告审核人：谢刚

王光杰

一、前言

本报告是对由国家粮食和物资储备局粮油质量检验检测中心、能力验证网、食品伙伴网联合组织的“LSJC-BD21-011 粮食（小麦）水分、容重检测实验室间比对”的总结，由能力验证网起草和发布。

本计划由能力验证网负责组织、协调和实施，依据 ISO/IEC 17043:2010“Conformity assessment - General requirements for proficiency testing”的要求运作本计划。关于选择实验室间比对以及实验室间比对结果利用（含对不满意结果的纠正措施）等相关要求和政策可以参见 CNAS 相关文件。

二、本次计划的特点

1. 目的和意义

本次实验室间比对实施的目的在于评定参加实验室对粮食中水分、容重的检测能力和检测水平。实验室通过此次实验室间比对活动可以了解自己的技术能力，如果出现不满意结果，可以查找原因提高实验室相应检测能力的目的。

对于本次实验室间比对结果不满意的，不代表实验室有问题，如仍符合项目依据的标准或规范所规定的判定要求，实验室可对相应项目进行自我评估，识别是否存在风险。

2. 参加者范围和数量

本次实验室间比对共有 91 家实验室参加，主要涉及粮油质监中心、粮油生产企业、粮油储备库、三方检测机构、粮油产品质量监督检验站、食品综合检测中心、科研院所等。

3. 检测项目和要求

本次实验室间比对计划检测项目为：水分、容重。每个实验室随机发送 1 份样品。本次实验室间比对对检测方法没有特殊要求，建议参加实验室优先使用日常检测的常用方法，要求参加实验室自收到样品起 7 个工作日内提交结果。

4. 样品描述

本次实验室间比对共有 2 个小麦样本 21-NA，21-NB，制备的样品具有唯一性标识。样品常温运输（短期常温运输对样品值无影响）。样品在检测前应避免

阳光直晒、温度过高、长时间接触空气或其他可能导致样品损坏及影响测定的因素。各实验室在收到样品后应尽快进行检测。

5. 计划时间表

表 1 实验室间比对计划时间表

项目	时 间
设计方案	2021 年 5 月
邀请实验室报名	2021 年 5 月
样品发放	2021 年 10 月 18 日
数据收集	2021 年 10 月下旬
中期报告发布	2021 年 11 月上旬
最终报告	2021 年 12 月

6. 保密性要求

参加实验室赋予一个唯一性代码，在本报告中，凡说明参加者的检测结果和能力评价时均以代码表示。

三、结果评价原则

本次实验室间比对采用中位值确定指定值，标准化四分位距法确定能力评定标准差。其中水分的能力评定标准差合成了样品的样本间标准差。各种分析是建立在实验结果近似服从正态性分布的基础之上进行的。

对参加者的检测结果，按下式计算 z 值：

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

式中：

x -参加者检测结果；

X -指定值；

σ -能力评定标准差。

以下列准则评价参加者的结果，即：

$|z| \leq 2.0$ 为满意结果；

$2.0 < |z| < 3.0$ 为可疑结果，警告信号；

$|z| \geq 3.0$ 为不满意结果（离群值），行动信号。

本标准涉及的有关统计量的意义及相关计算方法参见 CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》。

四、结果评价

本次实验室间比对共有 91 家实验室参加，其中 90 家实验室报告水分检测结果，82 家报告容重检测结果，实验室结果处理及能力的评价情况汇总如下：

1. 统计量

本次样品统计量见表 2。

表 2 检测结果统计量汇总

项目	样本编码	结果数（个）	指定值	能力评定标准差
水分	21-NA	67	12.0g/100g	0.298g/100g
	21-NB	23	11.7g/100g	0.401g/100g
容重	21-NA	62	799.0g/L	2.78g/L
	21-NB	20	798.5g/L	2.96g/L

2. 满意结果、不满意结果参加者综述

2.1 水分项目

91 家实验室参加水分项目的检测，90 家实验室提交结果 90 个。其中，84 家实验结果为满意，满意率为 93.4%；3 家实验室结果为不满意，占 3.3%；3 家实验室结果为可疑，占 3.3%。

2.2 容重项目

82 家实验室参加容重项目的检测，82 家实验室提交结果 82 个。其中，74 家实验结果为满意，满意率为 90.2%；3 家实验室结果为不满意，占 3.7%；5 家实验室结果为可疑，占 6.1%。

本计划项目评判为满意的结果情况见表 3，有问题、不满意的结果情况见表 4 和表 5。各参加者结果和结果评价见附录 A、附录 B。

表 3 结果满意情况

项目	制备样品号	结果数（家）	满意结果数（家）	满意率（%）
水分	21-NA	67	64	95.5
	21-NB	23	20	87.0
容重	21-NA	62	56	90.3
	21-NB	20	18	90.0

3. 可疑参加者代码汇总

表 4 可疑实验室汇总表

项目	制备样本编号	可疑数（个）	实验室代码
水分	21-NA	1	LSJC-LS2110-015
	21-NB	2	LSJC-LS2110-006、LSJC-LS2110-062
容重	21-NA	4	LSJC-LS2110-002、LSJC-LS2110-022、 LSJC-LS2110-058、LSJC-LS2110-074
	21-NB	1	LSJC-LS2110-063

4. 不满意参加者代码汇总

表 5 不满意（离群）实验室汇总表

项目	制备样品编号	不满意数（个）	实验室代码
水分	21-NA	2	LSJC-LS2110-067、LSJC-LS2110-061
	21-NB	1	LSJC-LS2110-049
容重	21-NA	2	LSJC-LS2110-056、LSJC-LS2110-082
	21-NB	1	LSJC-LS2110-035

五、技术分析和建议

1. 检测方法

经统计，本次实验室间比对，水分检测 82 家采用 GB 5009.3-2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）》方法，6 家采用 GB/T 5497-1985《粮食、油料检验 水分测定法（第二法 定温定时烘干法）》，2 家采用其他方法。容重检测 72 家采用 GB/T 5498-2013《粮油检验 容重测定》，10 家实验室采用其他方法。

2. 检测结果偏差原因

本次实验室间比对活动对该领域实验室的检测水平有了一定了解，达到预期效果。有个别实验室出现了不满意或可疑结果。现将产生偏差的可能原因分析归纳如下：

① 水分采用自动仪器法检测的实验室，结果有明显偏离。对于采用仪器法检测的实验室可确认是否对方法进行验证。在检测过程中对检测样品进行质控。

② 水分总体结果来看，高端分布数据不合格数量少，低端分布数据出现拖尾现象，不合格主要集中在低端分布数据。经检测技术回访分析，结果可疑或不满意的原因一是采用的粉碎设备不是粮食水分专用粉碎设备，对水分结果产生影响。二是粉碎时间过长，导致水分损失；三是样品未经粉碎直接检测；四是未过筛，或者粉碎设备未经验证。

③ 容重检测可疑或不满意结果可能原因为样品未经前处理，或者处理方式、过程不满足标准要求。

对于结果较好的实验室技术回访，非常重视样品的前处理过程。制样控制短时间完成，后马上进行检测，防止样品水分的变化。

3. 比对过程中出现的流程问题

我们举办的实验室间比对活动，既是一次实验室外部质量控制活动，通过比对，找出实验室可能存在的问题，比较实验室在行业内的检测水平，进而提升实验室能力；也是一次能力验证的模拟，整个过程按照能力验证的流程进行操作，包括样品接收，反馈单，结果上报等，满足实验室熟悉能力验证流程，提升应对

能力验证的能力，防止发生失误。

总结本次比对中的一些流程问题，分享给大家。大家在以后的能力验证中引以为戒。

- ① 收到样品后实验室未回传或未及时回传样品确认单。
- ② 样品报告单或确认单未写实验室代码。
- ③ 未按要求提交原始记录扫描件。如果后期出现计算问题，在中期报告时无法进行结果修正。
- ④ 报告结果无平行样结果。
- ⑤ 检测时间超时。
- ⑥ 小数点保留位数不一致。（没有仔细阅读作业指导书）
- ⑦ 上报结果没有单位。
- ⑧ 数据修约错误。
- ⑨ 未提交结果报告单，只提交了检测记录。
- ⑩ 结果报告单未按要求的模板进行提交。

造成上述问题的原因，一是实验室没有仔细阅读作业指导书，二是有的实验室没有参加过能力验证，对于能力验证或实验室间比对过程不熟悉，缺乏经验。

同时，在组织本次实验室比对过程中自身也发现一些问题。由于首次组织容重比对，准备不充分，样品量较少，本次容重检测结果仅做参考，最终比对结果不下结论。

附录 A 参加者结果和结果评价

附表 A-1 样本 21-NA 参加者结果和结果评价汇总表（水分、容重）

实验室代码	样品编号	水分结果 g/100g	z' 值	检测方法	容重结果 g/L	z 值	检测方法
LSJC-LS2110-002	XSR-185	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	792	-2.5	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-004	XSR-298	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-005	XSR-068	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-007	XSR-206	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	796	-1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-010	XSR-202	12.0	0.0	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	796	-1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-012	XSR-228	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定 电子容重器法
LSJC-LS2110-013	XSR-069	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定 电子容重器法
LSJC-LS2110-015	XSR-004	11.3	-2.4	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-019	XSR-073	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-020	XSR-234	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	794	-1.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

LSJC-LS2110-021	XSR-265	12.0	0.0	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-022	XSR-163	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	791	-2.9	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-023	XSR-284	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-024	XSR-568	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-026	XSR-865	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-027	XSR-113	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	794	-1.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-028	XSR-402	12.3	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	795	-1.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-030	XSR-717	11.8	-0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-032	XSR-803	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-033	XSR-702	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-034	XSR-446	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-038	XSR-840	12.3	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

LSJC-LS2110-039	XSR-744	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	796	-1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-040	XSR-168	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-041	XSR-541	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-043	XSR-420	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-044	XSR-745	12.2	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-045	XSR-217	12.4	1.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-046	XSR-884	12.3	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	801	0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-047	XSR-629	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	/	/	/
LSJC-LS2110-048	XSR-905	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-051	XSR-345	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	/	/	/
LSJC-LS2110-052	XSR-751	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-053	XSR-055	12.6	2.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	/	/	/
LSJC-LS2110-054	XSR-245	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定	/	/	/

				(第一法 直接干燥法)			
LSJC-LS2110-055	XSR-029	12.0	0.0	130℃定温定时 (SN/T 0800.1-2016 进出口粮油、饲料检验 抽样和制样方法)	795	-1.4	/
LSJC-LS2110-056	XSR-449	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	810	4.0	/
LSJC-LS2110-057	XSR-079	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	/	/	/
LSJC-LS2110-058	XSR-115	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	791	-2.9	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-059	XSR-086	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	801	0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-060	XSR-166	12.4	1.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	796	-1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-061	XSR-438	9.9	-7.1	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	795	-1.4	HGT-1000A 型容重器测定法
LSJC-LS2110-064	XSR-994	12.5	1.7	快速检测仪法	796	-1.1	电子谷物容重器
LSJC-LS2110-065	XSR-152	11.9	-0.3	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	798	-0.4	/
LSJC-LS2110-066	XSR-611	11.9	-0.3	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	797	-0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-067	XSR-668	10.9	-3.7	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法(第二法 定温定时烘干法)	798	-0.4	HGT-1000A 型容重器测定法
LSJC-LS2110-068	XSR-394	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	802	1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-069	XSR-385	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定	795	-1.4	GB/T 5498-2013 粮油检验

				(第一法 直接干燥法)			容重测定
LSJC-LS2110-070	XSR-149	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	801	0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-071	XSR-426	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-073	XSR-985	11.9	-0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-074	XSR-656	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	793	-2.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-075	XSR-572	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	802	1.1	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-076	XSR-795	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-077	XSR-261	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	797	-0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-078	XSR-771	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-079	XSR-238	11.7	-1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	803	1.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-080	XSR-499	12.1	0.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-081	XSR-407	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	799	0.0	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-082	XSR-318	11.6	-1.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	818	6.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

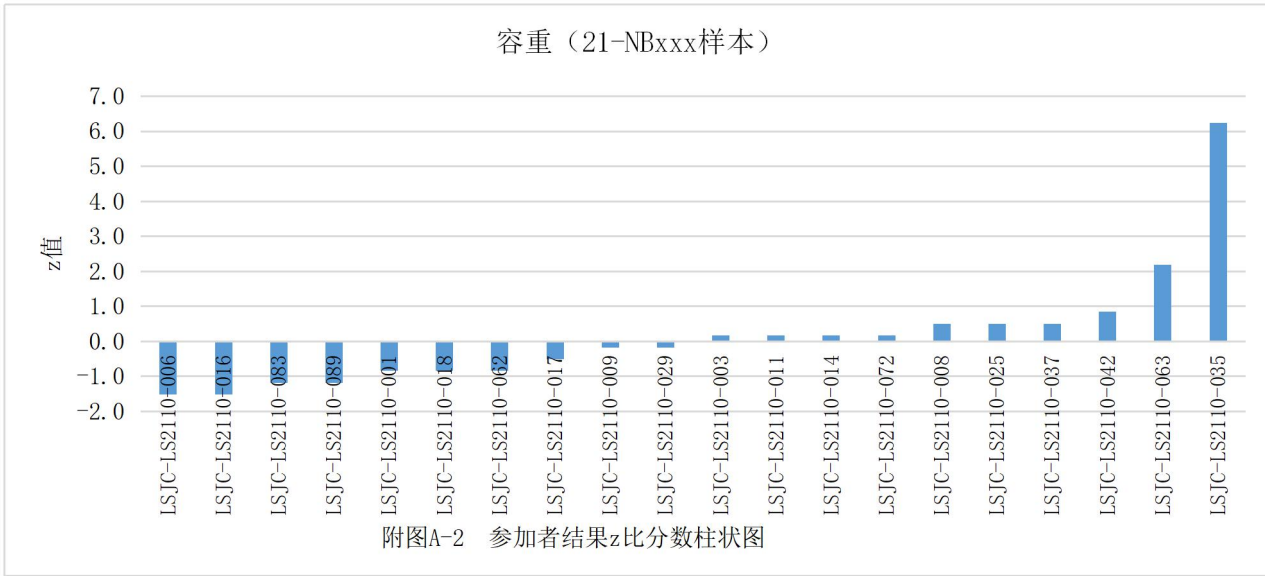
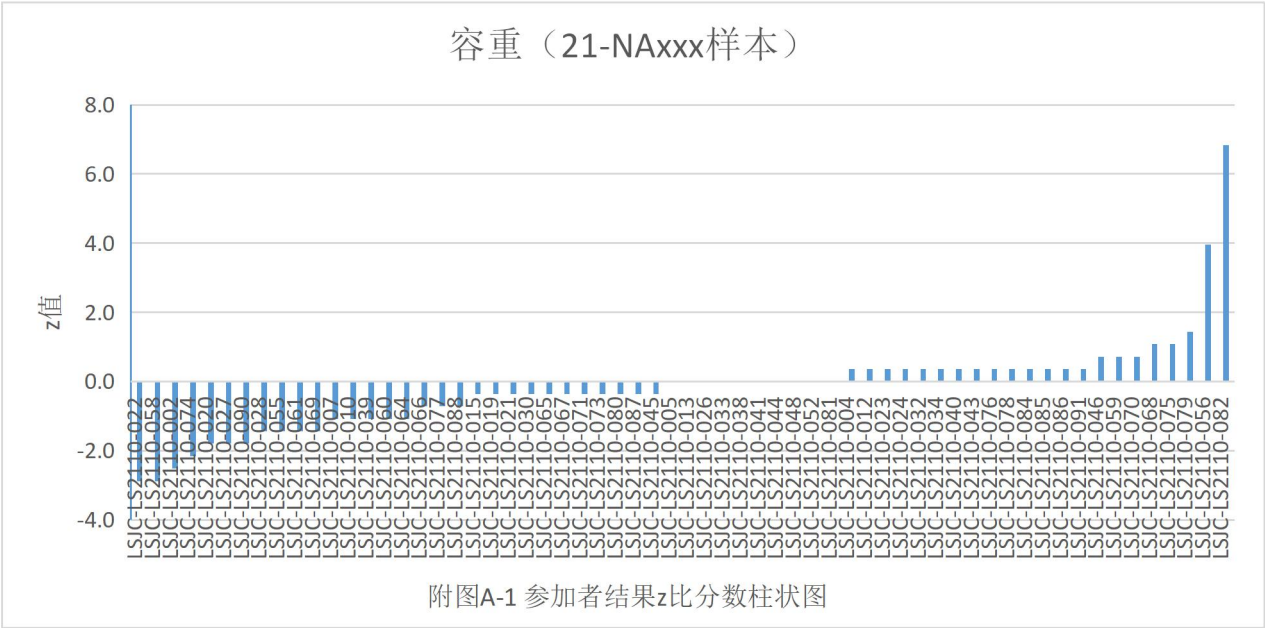
LSJC-LS2110-084	XSR-670	11.8	-0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-085	XSR-399	12.3	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-086	XSR-681	12.3	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-087	XSR-551	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	798	-0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-088	XSR-853	12.4	1.3	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	797	-0.7	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-090	XSR-520	11.7	-1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	794	-1.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-091	XSR-809	12.0	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定 (第一法 直接干燥法)	800	0.4	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

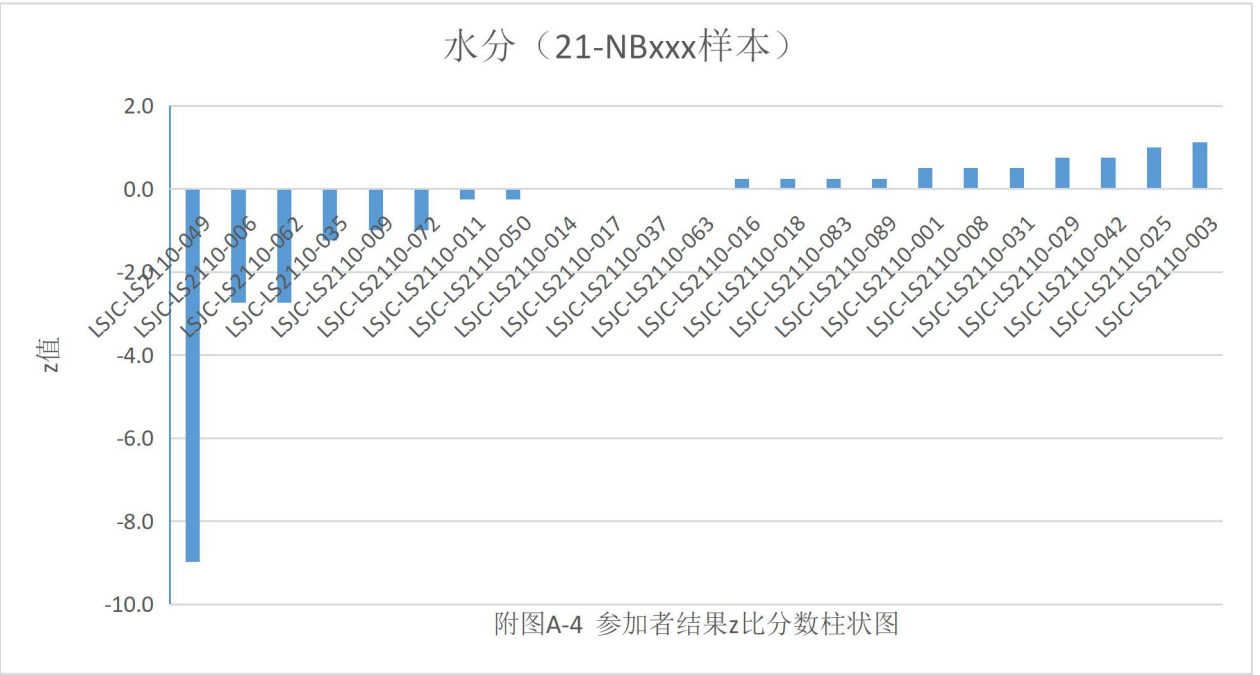
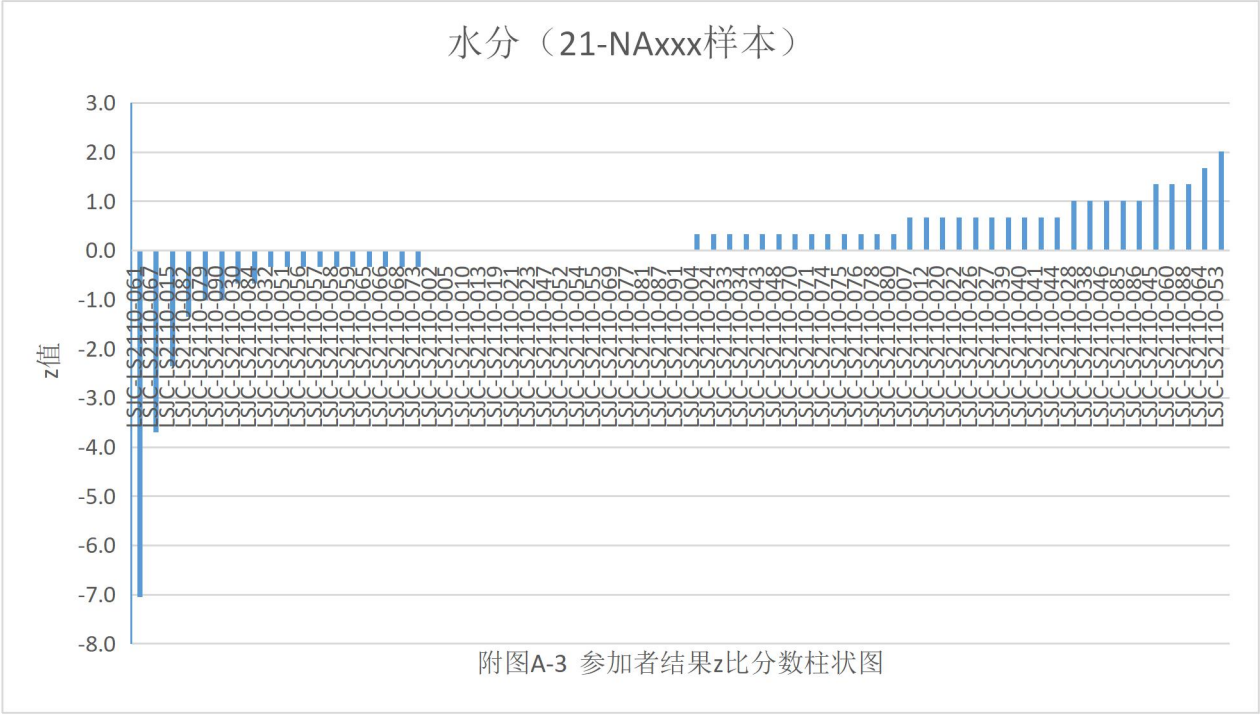
附表 A-2 样本 21-NB 参加者结果和结果评价汇总表（水分、容重）

实验室编号	样品编号	水分结果 g/100g	z' 值	检测方法	容重结果 g/L	z 值	检测方法
LSJC-LS2110-001	XSR-021	11.9	0.5	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	796	-0.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-003	XSR-030	12.2	1.1	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	799	0.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-006	XSR-271	10.6	-2.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	794	-1.5	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-008	XSR-039	11.9	0.5	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	800	0.5	容重器法
LSJC-LS2110-009	XSR-193	11.3	-1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	798	-0.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-011	XSR-058	11.6	-0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	799	0.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-014	XSR-103	11.7	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	799	0.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-016	XSR-035	11.8	0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	794	-1.5	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-017	XSR-175	11.7	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	797	-0.5	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-018	XSR-129	11.8	0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	796	-0.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

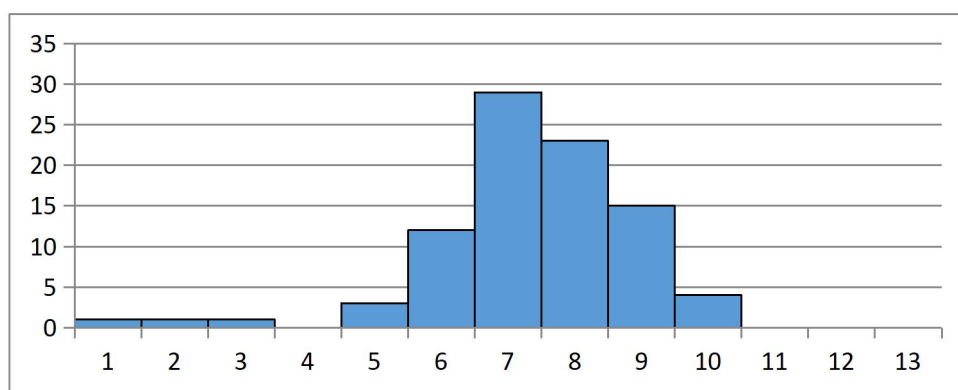
LSJC-LS2110-025	XSR-443	12.1	1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	800	0.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-029	XSR-337	12.0	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	798	-0.2	HGT-1000A 型容重器测定法
LSJC-LS2110-031	XSR-996	11.9	0.5	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	/	/	/
LSJC-LS2110-035	XSR-257	11.2	-1.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	817	6.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-037	XSR-730	11.7	0.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	800	0.5	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-042	XSR-176	12.0	0.7	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	801	0.8	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-049	XSR-160	8.1	-9.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	/	/	/
LSJC-LS2110-050	XSR-239	11.6	-0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	/	/	/
LSJC-LS2110-062	XSR-219	10.6	-2.7	GB/T 5497-1985 粮食、油料检验 水分测定法（第二法 定温定时烘干法）	796	-0.8	/
LSJC-LS2110-063	XSR-922	11.7	0.0	烘箱法	805	2.2	电子容重器
LSJC-LS2110-072	XSR-224	11.3	-1.0	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	799	0.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定
LSJC-LS2110-083	XSR-665	11.8	0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	795	-1.2	粮食水分、容重比对作业指导书
LSJC-LS2110-089	XSR-779	11.8	0.2	GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定（第一法 直接干燥法）	795	-1.2	GB/T 5498-2013 粮油检验 容重测定

附录 B 参加者结果分析柱状图

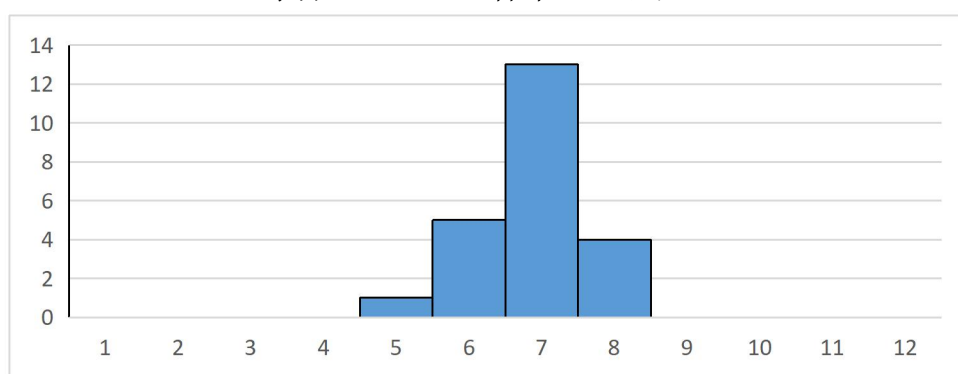




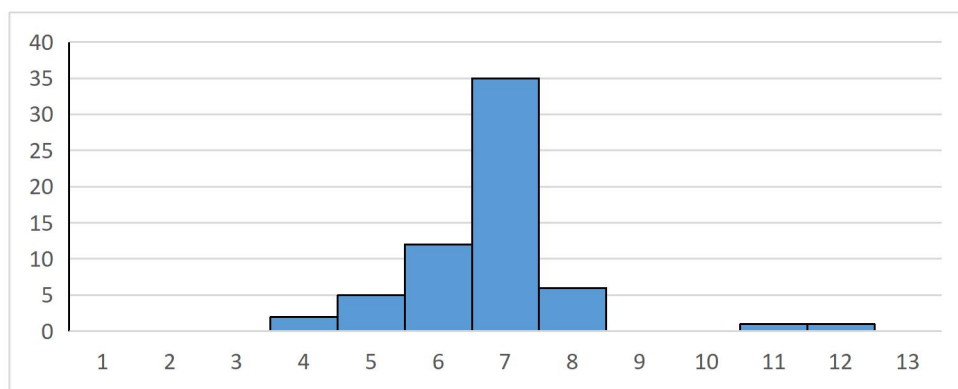
水分（21-NAxxx 样本）正态验证



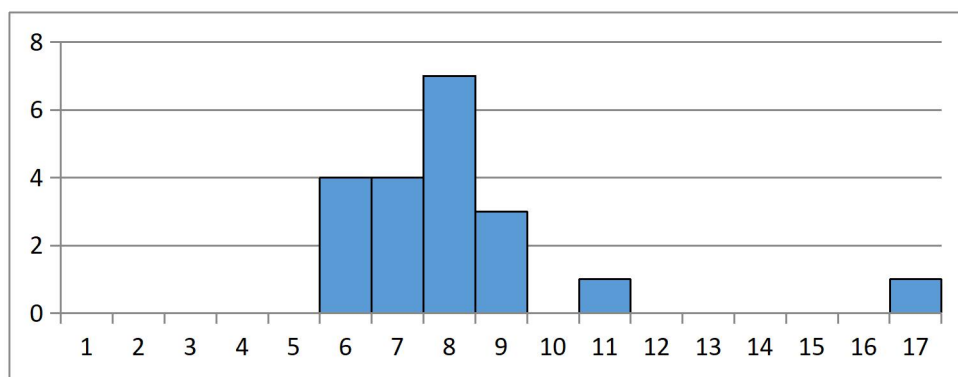
水分（21-NBxxx 样本）正态验证



容重（21-NAxxx 样本）正态验证



容重（21-NBxxx 样本）正态验证



附录 B 均匀性和稳定性检验

样品水分均匀性和稳定性检验的检测工作为分包,分包方为获CNAS认可的检测实验室,且本次实验室间比对计划涉及的测定项目水分在其获认可的能力范围内。容重的均匀性和稳定性检验的检测工作为自检。

附录 B1 均匀性检验

1. 水分均匀性验证

从制备完成的 2#样品中随机抽取 10 个样品,依据 GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定(第一法 直接干燥法)进行检测,每个样品在同样的条件下平行测试 2 次。测定结果见表 1。

判定原则:

1) 依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》,采用单因子方差统计分析法,通过采用 F 检验对两个水平样品进行均匀性检验。若 $F < F_{(f1,f2)}$ 及给定显著性水平 α (通常 $\alpha = 0.05$) 的临界值 $F_{(f1,f2)}$,则表明样品内和样品间无显著性差异,样品是均匀的。如果不符合充分均匀性的标准,可根据 GB/T 28043-2019 将样本间标准差计入能力评定标准差中,并向参加者说明。

表 1 小麦水分测试结果

测试次数 (j) 样品编号	1, g/100g	2, g/100g
XSR-517	11.31	11.28
XSR-038	11.39	11.35
XSR-805	11.59	11.42
XSR-012	11.25	11.28
XSR-495	11.42	11.48
XSR-810	11.45	11.35
XSR-848	11.60	11.36
XSR-112	11.39	11.46
XSR-680	11.19	11.15
XSR-509	11.64	11.57
总平均值 $\bar{x}$	11.40	
样品间标准差 S_s	0.198	

具体详见检测报告。

单因子方差分析结果见表 2 。

表 2 方差分析结果

方差来源	自由度	平方和	均方	F 值
样品间	9	1.01218	0.112164	3.2918
样品内	10	0.34165	0.034165	
总体	19	1.35383		

F 临界值 $F_{0.05(9,10)}=3.02$. 计算的 F 值为 3.29, 该值 $3.29 > F$ 临界值 3.02, 这表明在 0.05 显著性水平时, 样品中的水分均匀度不符合要求。根据 GB/T 28043-2019 附录 B B.2.5, 本次比对将样本间标准差计入能力评定标准差中, 利用式 (B.3) 计算 σ'_{pt} 。

$$\sigma'_{pt1} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2} = \sqrt{0.222^2 + 0.198^2} = 0.298$$

$$\sigma'_{pt2} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2} = \sqrt{0.334^2 + 0.198^2} = 0.401$$

2. 容重均匀性验证

从制备完成的 2#样本中随机抽取 10 个样品, 每个样品测试 1 次。测定结果见表 3。

表 3 小麦容重测试结果

样品编号	测试结果, g/L	
XSR-296	795	796
XSR-031	796	796
XSR-256	795	796
XSR-001	796	797
XSR-262	797	797
XSR-101	796	797
XSR-290	797	797
XSR-033	797	797
XSR-220	797	798
XSR-134	798	798
平均值	796.6	
标准偏差	0.875	

容重能力评定标准差 $\sigma_{pt2}=2.96\text{g/L}$, 标准差 $0.875 \leq 0.3 \sigma_{pt}$, 样品是均匀的。

附录 B2 稳定性检验

依据 CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》, 样品在常温避光条件下贮藏 2 个月后, 模拟样品运输条件后进行稳定性 t 检验。

1. 水分的稳定性试验

随机抽取 3 个样品，每个样品重复测试 2 次，测定结果见表 4。

表 4 小麦水分稳定性测试结果

测试次数 (j) 样品号 (i)	1	2
976	11.47	11.50
306	11.48	11.52
732	11.5	11.52
第二次检测平均值 $\overline{x}_2$	11.50	
第二次检测标准偏差 $\overline{s}_2^2$	0.000417	
t	1.8102	

$t=1.8102 < \text{临界值 } t_{0.05(24)}=2.0639$ ，这表明在 0.05 显著性水平时，样品中的水分在测试期间是稳定的，达到了实验室间比对样品要求。

2. 容重的稳定性试验

随机抽取 3 个样品，每个样品重复测试 2 次，测定结果见表 4。

表 4 小麦水分稳定性测试结果

测试次数 (j) 样品号 (i)	1	2
270	797	798
072	797	797
118	797	798
第二次检测平均值 $\overline{x}_2$	797.3	
第二次检测标准偏差 $\overline{s}_2^2$	0.5164	
t	1.8046	

$t=1.8046 < \text{临界值 } t_{0.05(24)}=2.0639$ ，这表明在 0.05 显著性水平时，样品中的容重在测试期间是稳定的，达到了实验室间比对样品要求。

附录 C 实验室间比对样品制备

1. 样本数量

本次实验室比对共制备两个不同水平的样本。

2. 样品量

每个样品量为 920g。

3. 样品数量

为保证比对顺利完成，防止意外发生，以及样品验证需求，制备样品数量 ≥ 150 个。

4. 制备方式

小麦进行初筛，除去大块秸秆，将样品充分混匀（混匀时间 $\geq 15\text{min}$ ）。

5. 包装方式

装于铝箔袋中，真空封口。样品采用常温贮藏，常温运输，外包装为纸箱，缓冲层为气泡袋，每个实验室随机分发 1 份样品。

附录 D 作业指导书

参试实验室：

欢迎参加国家粮食和物资储备局科学研究院、能力验证网、食品伙伴网联合组织的“LSJC-BD0011（2021）粮食（小麦）水分、容重检测实验室间比对”。

本次实验室间比对中，贵实验室的代码见《样品收到确认单》。

1、样品

本次实验室间比对共有 1 份小麦样品（已过 $\Phi 4.5\text{mm}$ 和 $\Phi 1.5\text{mm}$ 的筛子），每份 $920 \pm 20\text{g}$ 。样品具有唯一性标识。请参试实验室收到样品后确认样品状态，并将《样品收到确认单》填写完善后扫描件发邮件至 pt@foodmate.net。

2、样品保管中的注意事项

- 1）样品常温运输（短期常温运输对样品值无影响）；
- 2）样品在测试前应避免阳光直晒、温度过高、长时间接触空气或其他可能导致样品损坏及影响测定的因素；
- 3）各实验室在收到样品后应尽快进行检测。

3、测试方法

1）推荐采用贵实验室常用的测试方法，并在上报结果时注明（包括具体的条款号），如贵实验室采用其他非标方法或实验室内部方法，请在上报结果时详细说明。

2）方法提要：每份样品为 20mL，使用前先稀释；准确量取 2mL 浓样至 500mL 容量瓶中，用纯水稀释定容至刻度。按照所参考方法处理、测试，最终结果报告以稀释至 500ml 后的浓度报告总磷的含量。

4、注意事项

- 1）本品采用 20mL 安瓿瓶包装，移取或稀释时请以移液管量取为准。
- 2）使用前应充分摇动以保证均匀。安瓿打开后应一次性使用完毕。

5、检测结果反馈说明

请于收到样品后 7 个工作日内将结果报告单、相关原始记录扫描件发邮件至 pt@foodmate.net，邮件主题：实验室名称+样品编号命名，以便统计分析。如未按规定时间完成，请联系实验室比对协调人。

测试结果以水中总磷的含量计，单位为 mg/L，有效数字按使用标准要求；报送平

行样结果。

6、保密说明

- 1) 在此次实验室间比对活动过程中, 承担单位将对参试实验室的有关信息保密。
- 2) 请参试实验室按照日常操作方式报告真实测试结果。

7、联系方式

能力验证网

地址: 山东省烟台市芝罘区海特路 29 号, 邮编: 264000

联系人: 王老师、LabPTP 能力验证流程顾问

电话: 0535-2129197

Email: pt@foodmate.net

- 附件: 1、实验室间比对样品收到确认单
- 2、实验室间比对结果报告单

能力验证网

2021. 6. 3

附录 E 参考文献

1. CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》