



**CNAS T0690**  
**白术中铜、镉、铅含量的测定**  
**能力验证计划结果报告**

中

2012 11

会

： 中 会

人/ 人：

人：

主 ：

人：

： 京 8

： 100062

： 010-67105376

传 ： 010-67105053/67105055

： 中 与

人： 乃

人： 乃 、

： 京 三 东 18

： 100013

： 010-64225471

传 ： 010-64225471

专 ： 乃 、

专 ： 乃 、

一	.....	1
二	.....	1
1.	义.....	1
2.	、.....	1
3.	.....	2
4.	.....	2
5.	.....	2
6.	保.....	2
三	价.....	3
	价.....	3
1.	.....	4
2.	值.....	4
五	.....	4
1.	.....	4
2.	.....	7
3.	.....	8
	.....	10
A	.....	10
B	/.....	16
C	件.....	31
D	.....	39

一

CNAS T0690 “ 中 、 、 ”  
， 中 ， 中 会  
(CNAS) 书 。  
CNAS T0690 “ 中 、 、 ” CNAS  
， 中 。  
CNAS 依 ISO/IEC 17043 《 》 作  
。  
(  
CNAS 、 )  
。( 不 )  
CNAS-RL02 《 》。

二

### 1. 义

CNAS T0690 为了 价 中 、 、  
。 于  
了 ， 促 交  
， 一 ，  
不 ， 从中 ，  
， 保 、 。

### 2. 、

CNAS T0690 51个 ， 于 21 、  
、 ( 1) 。  
中 17个 ， 3个  
、 31个 产企业 。 些 中，  
CNAS 23个， 45.1%；  
CNAS 21个， 41.2%。 **51个**  
中 **49个** 了 ， **2个** 。

1 CNAS T0690		—
( )	( )	
京	8	1
上	4	1
	2	1
	2	2
	6	1
东	3	1
	2	1
	1	2
	1	东 8
云	2	1
	1	

3.

CNAS T0690 为 中 三 :

、 、 (mg/kg, 保 三位 ) 。

。

位 个 , “作业书”、“ ”、“ ” , 作

业 书 作 , 上

, C。

4.

供一 作为 , 中 3

: Pb: (0.1-0.5) mg/kg, Cu: (10-20) mg/kg, Cd: (0.1-0.5) mg/kg,

(JJG 1006-94) 。

, 了

, B, ,

。 中 值不 之

。

5.

2011 11 :

。

2012 8 -9 : “ ”、“ 作业  
书”、“ ”、“ ”  
作。

2012 9 1 -9 31 :

,

。

2012 10 8 -10 15 :

作业 书 信 。

2012 10 15 -10 31 :

。

2011 11 1 -11 5 :

,

专

,

nĉ

2011 11 5 -11 10 :

中

,

。

2012

为了 ， Z  
 ( )。从 上， 一个  
 与 他 ，了 中  
 。

价

1、

2 ， 义 D2。

2

	中位值 (mg/kg)	IQR	CV (%)	值 (mg/kg)	值 (mg/kg)	(mg/kg)
46	14.5	0.44	2.9	15.6	13.5	2.1
46	0.140	0.010	7.7	0.260	0.095	0.165
45	0.216	0.022	10.6	0.579	0.118	0.461

2、 值

3 ，

以 代 。

3 (|Z| 3) (3>|Z|>2)

代	代
/	2, 28, 33, 48
17, 26, 29, 33, 37,	8,43,50
2, 8, 9, 28, 30, 37,	50

五、

1、

(1)

中 46 个 了 ， 20 个  
 ， 4 个 ， 3 个

ICP-OES ， 19 个 ICP-MS 。

5 个 ， 1 个  
 ， 40 个 。  
 4 个 为 ， 3。  
 4, , 。

**4**

	( $ Z  \geq 3$ ) /使	( $3 >  Z  > 2$ ) /使
	0/20	2/20
	0/4	2/4
ICP-OES	0/3	0/3
ICP-MS	0/19	1/19
	( $ Z  \geq 3$ ) /使	( $3 >  Z  > 2$ ) /使
	0/1	0/1
	0/4	1/4
	0/44	3/44

: 中 以 供 信 为 依

(2)

中 46 个 了 ， 22 个  
 ， 24 个 ICP-MS 。  
 4 个 ， 1 个  
 ， 41 个 。  
 5 个 ， 3 个  
 ， 3。 6  
 ， 。

**6**

	( $ Z  \geq 3$ ) /使	( $3 >  Z  > 2$ ) /使
	3/22	1/22



ICP-MS	2/24 ( $ Z  \geq 3$ ) /使 )	2/24 ( $3 >  Z  > 2$ ) /使 )
	0/1	0/1
	0/4	0/4
	5/41	3/41

: 中 以 供 信 为 依

(4)

中 45 个 了 , 20 个  
 , 25 个 ICP-MS 。  
 3 个 , 1 个  
 , 41 个 。  
 6 个 , 1 个  
 , 3。  
 , 。

7

ICP-MS	1/20 5/25 ( $ Z  \geq 3$ ) /使 )	1/20 0/25 ( $3 >  Z  > 2$ ) /使 )
	0/1	0/1
	1/3	0/3
	5/41	1/41

: 中 以 供 信 为 依

2、

了 使 , 使 。 于  
 信 , 使 、 仪 ,

任何信 供。 ， 于 ， 们仅 从 体上  
 ， 主 以下 个 ；

(1)

作 主 为两个 ， 一 个  
 ， 以 ， 也  
 价 ， 仪 何， ； 二  
 ， 为 ， 。 中， 供  
 体为 ， 会 。  
 ， 但  
 ， 个 使 似 体 ， 使  
 、 、 、 、 。  
 ， ， 产 偏  
 主 之一。 ， 中 似 体  
 。

(2) 不 仪 使

仪 使 ，  
 偏 。 中 ， ， 三 以 一 以上 仪  
 ， 以 AAS、ICP-OES、ICP-MS、 仪 ，  
 。 ， 仪  
 ， 仪 了 ， 但  
 中也 值产 之一。  
 中 使 仪 ，  
 中。 ， 为 体 ， 一 ，  
 人 。 也 值产 之一。

(3)

于 值产 ， 一一 ，  
 ， 。

3、

从以下 ；

- (1) ;
- (2) ,  
保 , 使 ;
- (3) , 体  
 , 偏 主 、  
 ; 偏低 主 中 不 、 不  
 、 、 ;
- (4) 仪 , 使 值  
 , , ,  
 中 ;
- (5) 仪 作 , 中 件 信  
 、 偏 ;
- (6) 下 体 ,  
 体 ;
- (7) , 两个 两个  
 以上, 不 , ;
- (8) 产 。

## 六 附录

### 附录 A 检测结果和统计处理

A-1

A-2 Z

### 附录 B 样品制备和均匀性/稳定性检验

B-1

B-2 价

B-3 价

### 附录 C 相关文件

C-1

C-2 作业 书

### 附录 D 参考文献

## A

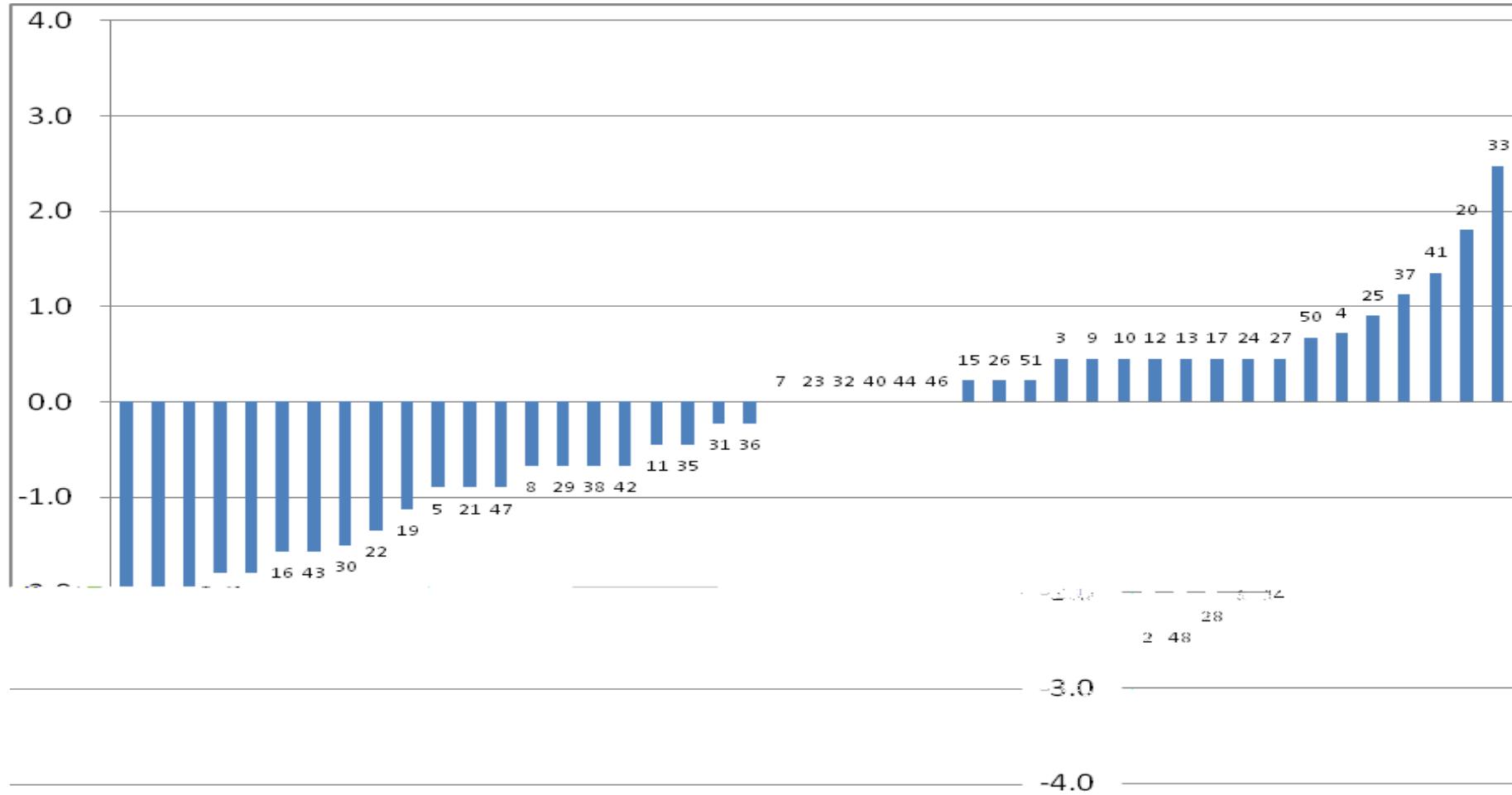
## CNAS T0690

代	Cu(mg/kg)	Z	代	Cu(mg/kg)	Z
1	/	/	27	14.7	0.5
2	13.5	-2.3	28	13.6	-2.1
3	14.7	0.5	29	14.2	-0.7
4	14.82	0.8	30	13.83	-1.6
5	14.1	-0.9	31	14.4	-0.2
6	13.7	-1.9	32	14.5	0.0
7	14.5	0.0	33	15.6	2.6
8	14.2	-0.7	34	13.7	-1.9
9	14.7	0.5	35	14.3	-0.5
10	14.7	0.5	36	14.4	-0.2
11	14.3	-0.5	37	15	1.2
12	14.7	0.5	38	14.2	-0.7
13	14.7	0.5	39	/	/
14	14.5	0.0	40	14.5	0.0
15	14.6	0.2	41	15.1	1.4
16	13.8	-1.6	42	14.2	-0.7
17	14.7	0.5	43	13.8	-1.6
18	/	/	44	14.5	0.0
19	14	-1.2	45	/	/
20	15.3	1.9	46	14.5	0.0
21	14.1	-0.9	47	14.1	-0.9
22	13.9	-1.4	48	13.5	-2.3
23	14.5	0.0	49	/	/
24	14.7	0.5	50	14.8	0.7
25	14.9	0.9	51	14.6	0.2
26	14.6	0.2	/	/	/

： 1.  $2 < |Z| < 3$ , 为 。 §  $|Z| \geq 3$ , 为不

。

1: 中 Z

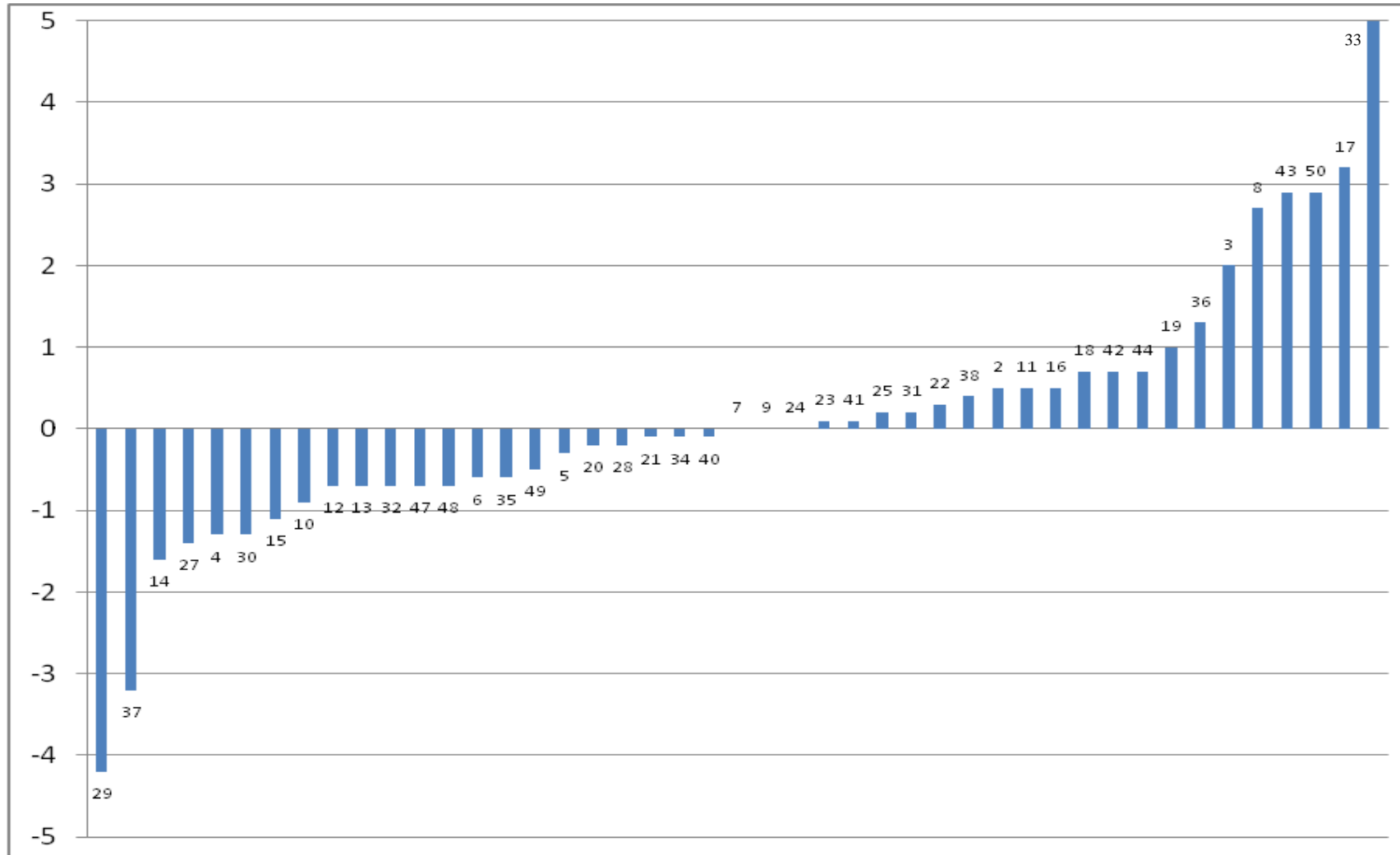


## CNAS T0690

代	Cd(mg/kg)	Z	代	Cd(mg/kg)	Z
1	/	/	27	0.125	-1.4
2	0.145	0.5	28	0.138	-0.2
3	0.161	2.0	29	0.0948	-4.2
4	0.1264	-1.3	30	0.1259	-1.3
5	0.137	-0.3	31	0.142	0.2
6	0.134	-0.6	32	0.133	-0.7
7	0.14	0.0	33	0.26	11.2
8	0.169	2.7	34	0.139	-0.1
9	0.14	0.0	35	0.134	-0.6
10	0.13	-0.9	36	0.154	1.3
11	0.145	0.5	37	0.106	-3.2
12	0.132	-0.7	38	0.144	0.4
13	0.132	-0.7	39	/	/
14	0.123	-1.6	40	0.139	-0.1
15	0.128	-1.1	41	0.141	0.1
16	0.145	0.5	42	0.148	0.7
17	0.174	3.2	43	0.171	2.9
18	0.147	0.7	44	0.148	0.7
19	0.151	1.0	45	/	/
20	0.138	-0.2	46	/	/
21	0.139	-0.1	47	0.133	-0.7
22	0.143	0.3	48	0.132	-0.7
23	0.141	0.1	49	0.135	-0.5
24	0.14	0.0	50	0.171	2.9
25	0.142	0.2	51	/	/
26	0.178	3.5	/	/	/

： 1.  $2 < |Z| < 3$ ，为 。 §  $|Z| \geq 3$ ，为不 。

2: 中 Z



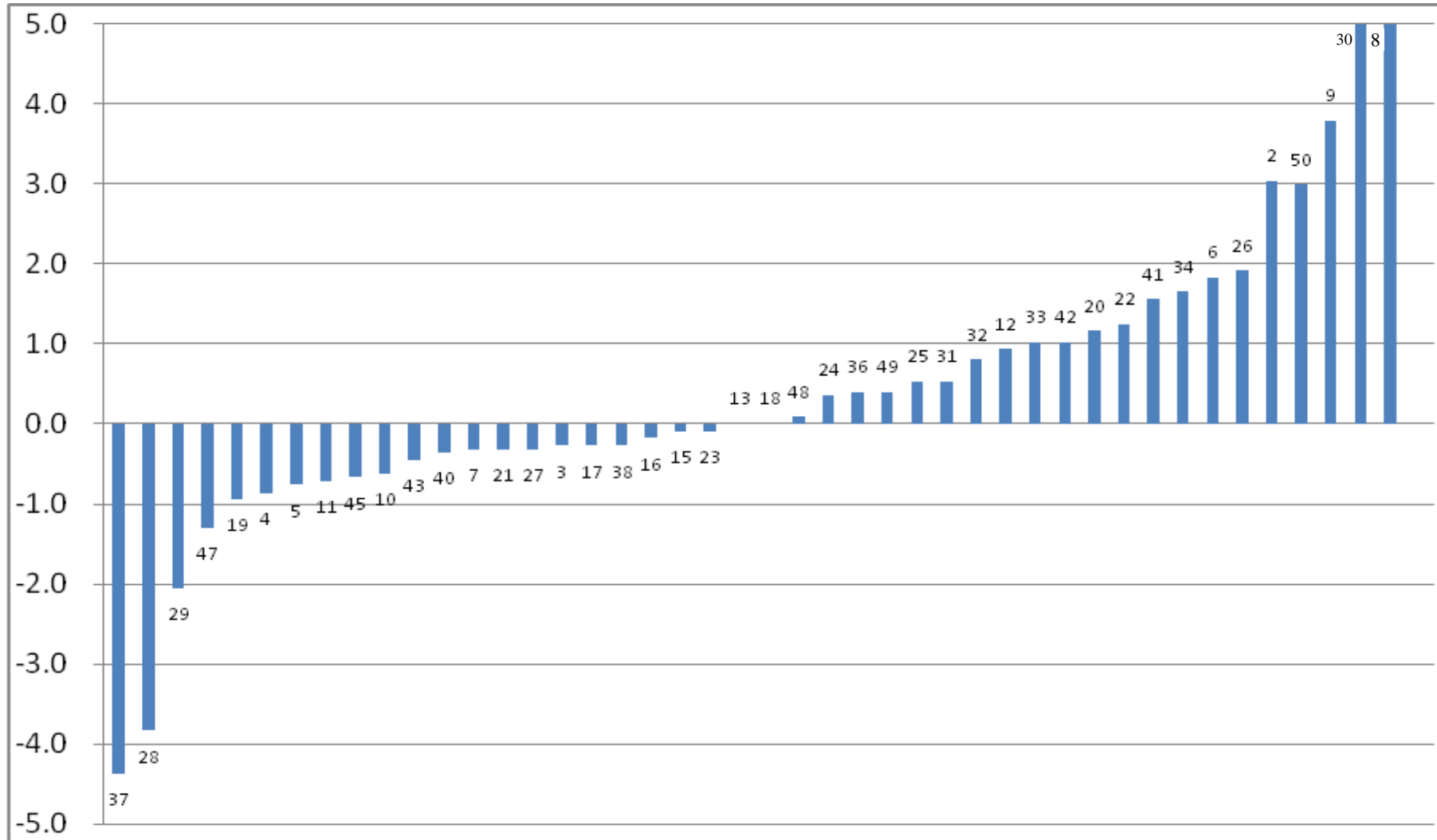


## CNAS T0690

代	Pb(mg/kg)	Z	代	Pb(mg/kg)	Z
1	/	/	27	0.209	-0.3
2	0.284	3.0	28	0.13	-3.7
3	0.210	-0.3	29	0.17	-2.0
4	0.197	-0.8	30	0.3995	8.0
5	0.199	-0.7	31	0.228	0.5
6	0.257	1.8	32	0.234	0.8
7	0.209	-0.3	33	0.239	1.0
8	0.579	15.8	34	0.253	1.6
9	0.301	3.7	35	/	/
10	0.202	-0.6	36	0.225	0.4
11	0.200	-0.7	37	0.118	-4.3
12	0.237	0.9	38	0.21	-0.3
13	0.216	0.0	39	/	/
14	0.183	-1.4	40	0.208	-0.3
15	0.214	-0.1	41	0.251	1.5
16	0.212	-0.2	42	0.239	1.0
17	0.21	-0.3	43	0.206	-0.4
18	0.216	0.0	44	/	/
19	0.195	-0.9	45	0.201	-0.7
20	0.242	1.1	46	/	/
21	0.209	-0.3	47	0.187	-1.3
22	0.244	1.2	48	0.218	0.1
23	0.214	-0.1	49	0.225	0.4
24	0.224	0.3	50	0.283	2.9
25	0.228	0.5	51	/	/
26	0.259	1.9	/	/	/

： 1.  $2 < |Z| < 3$ ，为 。 §  $|Z| \geq 3$ ，为不 。

3: 中 Z



B

/

- 
- 
- 

价  
价

## B1

作 中 与  
严 一 (JJG  
1006-94)

### 1 标准物质的原料选择

中 丰 ， 保 中 1000 。 于  
业 、 、 以 业“三 ” ， 使 一  
些 ， 严 ， 从 中 产 中

。  
， 不 中  
， 为 。

2  
， 与  
。 买 ， 。

， ， ， 2 ，  
， 中 ， 50mL  
中， 20 ， 且 ，

20 。

60 。

**B2**

**价**

。 个  
 ， 与 。 一 个 ， 以不  
 个  
 体 代 。 于 体  
 了 。 体 ， 也  
 。 ， 。 以  
 个  
 ， 代 。  
 从 15 ， 二 ，  
 为 0.2 。

$$Q_1 = \sum_{i=1}^{15} n_i (\bar{X}_i - \bar{\bar{X}})^2 \dots\dots\dots (1)$$

$$Q_2 = \sum_{i=1}^{15} \sum_{j=1}^2 X_{ij} - \bar{X}_i^2 \dots\dots\dots (2)$$

$$n_1 = m - 1 \dots\dots\dots (3)$$

$$n_2 = N - m \dots\dots\dots (4)$$

$$F = \frac{Q_1 / 1}{Q_2 / 2} \dots\dots\dots (5)$$

中：  $Q_1$  — ；  
 $Q_2$  — ；  
 $n_i$  —  $i$  个 ；  
 $X_{ij}$  —  $i$  个  $j$  个 ；  
 $\bar{X}_i$  —  $i$  值；  
 $\bar{\bar{X}}$  — ；  
 $n_1$  — ；  
 $n_2$  — ；  
 $N$  — 个 ；  
 $m$  —  
 $F$  — 。

8. 中 (mg/kg)

		值		值	
		1	2		
1	254	14.59	14.62	14.60	0.000
2	383	14.54	14.38	14.46	0.013
3	346	14.61	14.35	14.48	0.034
4	513	14.65	14.51	14.58	0.011
5	822	14.55	14.58	14.57	0.000

9. 中		(mg/kg)			
		值		值	
		1	2		
1	254	0.1438	0.1456	0.1447	0.0000015
2	383	0.1442	0.1507	0.1474	0.0000216
3	346	0.1509	0.1499	0.1504	0.0000005
4	513	0.1431	0.1470	0.1450	0.0000075
5	822	0.1473	0.1448	0.1461	0.0000032
6	565	0.1495	0.1485	0.1490	0.0000005
7	333	0.1514	0.1514	0.1514	0.0000000
8	504	0.1469	0.1477	0.1473	0.0000003
9	64	0.1465	0.1473	0.1469	0.0000003
10	1262	0.1499	0.1466	0.1482	0.0000055
11	478	0.1483	0.1453	0.1468	0.0000047
12	191	0.1473	0.1489	0.1481	0.0000014
13	11	0.1505	0.1458	0.1482	0.0000109
14	655	0.1506	0.1463	0.1485	0.0000093
15	200	0.1470	0.1515	0.1492	0.0000100
值		0.1478			
S		0.0024			
RSD%		1.6%			
$Q_1$		0.00009			
$Q_2$		0.00008			
$V_1$		14			
$V_2$		15			
F		1.28			
$F_{0.05}$ (14, 15)		2.42			
		$F < F_{0.05} (14, 15)$			

10.		中		(mg/kg)	
		值		值	
		1	2		
1	254	0.214	0.215	0.214	0.000001
2	383	0.211	0.205	0.208	0.000018
3	346	0.203	0.219	0.211	0.000130
4	513	0.205	0.218	0.212	0.000082
5	822	0.219	0.211	0.215	0.000035
6	565	0.215	0.214	0.215	0.000001
7	333	0.206	0.202	0.204	0.000005
8	504	0.206	0.211	0.208	0.000011
9	64	0.205	0.199	0.202	0.000014
10	1262	0.214	0.215	0.214	0.000001
11	478	0.211	0.215	0.213	0.000009
12	191	0.216	0.214	0.215	0.000003
13	11	0.207	0.218	0.212	0.000065
14	655	0.205	0.214	0.210	0.000043
15	200	0.217	0.204	0.210	0.000080
值	0.211				
S	0.006				
RSD%	2.69%				
Q <sub>1</sub>	0.00043				
Q <sub>2</sub>	0.00050				
V <sub>1</sub>	14				
V <sub>2</sub>	15				
F	0.93				
$F_{0.05}$ (14, 15)	2.42				
	F < F <sub>0.05</sub> (14, 15)				

， 中 、 ， F 值 于 临 值，  
为 0.2 ， 中 、 。



**B3**

**价**

一件下保，值一保不。14个，了五，中、，个七，t，i t<sub>i</sub>值于临值 t<sub>0.05</sub> (i-2)，中、。 t<sub>i</sub>值下：

$$t_i = \frac{|b|}{s(b)} \dots\dots\dots (9)$$

中：

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \dots\dots\dots (10)$$

$$b_0 = \bar{Y} - b_1 \bar{X} \dots\dots\dots (11)$$

偏：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - b_0 - b_1 X_i)^2}{n - 2}} \dots\dots\dots (12)$$

b 不：

$$s(b_1) = \frac{s}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} \dots\dots\dots (13)$$

X<sub>i</sub>— 与 — ；

Y<sub>i</sub> --- 值。

11. 中 (mg/kg)					
个 值	0	2	4	6	14
1	14.86	14.66	14.91	14.91	14.90
2	14.77	14.67	14.93	14.84	14.87
3	14.85	14.56	15.01	14.79	14.88
4	14.73	14.62	14.94	14.68	14.98
5	14.79	14.59	14.98	14.74	15.00
6	14.99	14.73	14.91	14.74	14.97
7	14.76	14.55	14.95	14.71	14.89
值	14.82	14.63	14.95	14.77	14.93
偏	0.089	0.067	0.035	0.082	0.055
偏	0.60%	0.46%	0.23%	0.56%	0.37%
$t_i$	0.98		$T_{0.95,3}$	3.18	

12. 中 (mg/kg)					
个 值	0	2	4	6	14
1	0.1478	0.1483	0.1501	0.1484	0.1478
2	0.1497	0.1486	0.1497	0.1474	0.1497
3	0.1473	0.1494	0.1489	0.1473	0.1473
4	0.1476	0.1479	0.1489	0.1467	0.1476
5	0.1472	0.1488	0.1494	0.1496	0.1472
6	0.1476	0.1497	0.1502	0.1474	0.1476
7	0.1481	0.1470	0.1480	0.1477	0.1481
值	0.1479	0.1485	0.1493	0.1478	0.1479
偏	0.001	0.001	0.0008	0.0009	0.001
偏	0.58%	0.61%	0.52%	0.63%	0.58%
$t_i$	0.49		$T_{0.95,3}$	3.18	

13. 中 (mg/kg)		0	2	4	6	14
个	值					
1		0.206	0.226	0.216	0.215	0.209
2		0.201	0.209	0.219	0.206	0.210
3		0.206	0.205	0.218	0.207	0.218
4		0.200	0.213	0.201	0.205	0.210
5		0.213	0.206	0.223	0.207	0.211
6		0.209	0.210	0.199	0.206	0.208
7		0.214	0.211	0.208	0.227	0.214
	值	0.210	0.211	0.212	0.210	0.211
	偏	0.006	0.007	0.009	0.008	0.004
	偏	2.7%	3.3%	4.4%	3.8%	1.7%
$t_i$		0.312		$T_{0.95,3}$	3.18	

95% 信 ，  $t(n-1)=t_{0.05}(5-2)=3.18$ ， 30- 57，  
 $t$ 值 于 3.18。 : 件下保 ，  
 、 值 ， 一 以上。

## C 件

- C1 作业 书
- C2
- C3

# C1

## 中 、 、 作业 书

\_\_\_\_\_:

CNAS T0690 中 、 、  
代 为: LAB—  
为了保 一 ,  
, 作业 书。

### 1 样品反馈信息

, ( 件4), \_\_\_\_于 2012 10  
20 ( 上传), 与  
。

### 2 提供的样品

2.1 供 为 体, 体。 为 1 个  
(10g )。

2.2 3 : Pb: (0.1-0.5) mg/kg, Cu:  
(10-20) mg/kg, Cd: (0.1-0.5) mg/kg,  
。

2.3 保 : 、 、 下 。

### 3 样品检测

3.1 80℃ 件下 4 , 中保 ,  
。

3.2 、  
, 。

3.3 位 、 ICP 、 ICP 、  
, 体 。

### 4 测试事项要求

4.1 作， 作。

4.2 件 1。

4.3 不 于 7 ， 7  
值、 值 偏 。

### 5 结果要求

5.1 上 ( 件 2 ) ，  
( 件 3 ) ， 。

5.2 中 \_\_\_\_\_ ， 2 以上不  
。 作 修 中 。

5.3 中 使 仪 、 、 信 。

5.4 、 、 一 mg/kg 位，以 3 位 ( 0.251mg/kg ) 。

5.5 个 \_\_\_\_\_ 中 使 代 ，  
代 。

5.6 书 ( ) 。

5.6 : **2012 10 31**  
( 件 2 ) 上传 ， 件 。

### 6 实验室代码

供 上 (T0690- xxx) 为 代 ， 为  
001-100。 7 注意事项

书 上 ( 以  
为 ) ， 不予 。

中 与  
人: 乃 ， ，  
: 010-64271640  
传 : 010-64225471

: 京 三 东 18  
中  
: 100013 E-mail:shinj@nim. ac. cn; Wubing@nim. ac. cn

件 1

1 仪

- : ±5℃之 ；
- : 值≤0.1mg ( ) ；
- : 于 ；
- : 于 。

2 作

(1)

为 0.1g, ,  
。 为 , 。

(2)

a

b

(3)

, , ,  
。 , 佳 , 仪 。  
: , , , 不 仪  
。

(4)

, 件下 。







D

1 CNAS RL 02:2007

2 CNAS GL 02:2006

价

3 CNAS GL 03:2006

价

(上 件 从 CNAS 上下 , : [www.cnas.org.cn](http://www.cnas.org.cn))