



中国检验检疫科学研究院测试评价中心
中检科（北京）测试认证有限公司

CNCA-23-03(2023)

食品中全氟化化合物的测定能力验证

技术报告



中国检验检疫科学研究院测试评价中心

二〇二三年十一月

目 录

1 前言.....	1
2 概述.....	1
2.1 项目简介.....	1
2.2 参加实验室概况.....	2
2.3 方案设计.....	3
3 结果统计及能力评价.....	8
3.1 结果数据的频率分布.....	8
3.2 统计分析的具体方法.....	9
3.3 统计量汇总.....	10
3.4 合格结果、不合格结果参加者综述.....	10
3.5 不合格参加者代码汇总.....	11
4 技术分析.....	11
4.1 检测方法.....	11
4.2 方法的等效性评估.....	12
4.3 检测过程的质量控制.....	14
5 总结.....	16
6 建议.....	17
7 能力验证组织情况.....	17
8 参考文献.....	18
附录 A 参加者结果和结果评价.....	19
附录 B 实验室结果分布情况.....	23
附录 C 样品均匀性和稳定性检验.....	25
附录 D 参试指导书.....	29
附录 E 结果提交.....	31
附录 F 报名邀请.....	32
附录 G 能力验证结果通知单.....	37

1 前言

“食品中全氟化合物的测定”能力验证项目（CNCA-23-03）是国家市场监督管理总局组织的 2023 年国家级检验检测机构能力验证项目之一，由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责协调及实施，谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司协作配合开展。旨在了解国内食品中全氟化合物检测的整体水平，识别和掌握检验检测机构间存在的差异，提高各机构间检测数据的可比性，同时加强重点领域检验检测机构能力建设，督促其保持和提高相应的检测能力。

本次能力验证计划按照 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》、GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》、CNAS-GL003: 2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》等相关要求实施。根据《市场监管总局办公厅关于开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2023〕27 号）规定，具备相关项目（参数）检验检测能力的国家级资质认定检验检测机构应当参加能力验证项目。对未按本《通知》要求参加能力验证及能力验证结果不合格的检验检测机构，市场监管总局将依据《检验检测机构资质认定管理办法》等相关规定督促其进行整改和验证。

本报告是对“食品中全氟化合物的测定”能力验证项目（CNCA-23-03）结果的总结。由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责起草，国家市场监督管理总局批准发布。国家市场监督管理总局对本次能力验证计划具有最终解释权，能力验证结果和报告内容未经国家市场监督管理总局同意不得用于其他目的。

2 概述

2.1 项目简介

全氟化合物(perfluorinated compounds, PFCs)是一种新型持久性有机污染物，因具有很高的化学稳定性、疏油、疏水以及良好的表面活性等特性，被广泛应用于纺织、电镀、包装、农药、航空等领域，其耐降解、生物累积等特性使之在水体、土壤等各种环境和生物体内广泛分布。PFCs 具有神经毒性、肝脏毒性、胚

胎毒性和致癌性等，已引起国内外高度关注，其中研究得较多、毒性较大的两类全氟化合物为全氟辛烷磺酸 (perfluorooctane sulfonate, PFOS) 和全氟辛酸 (perfluorooctanoic acid, PFOA)，目前在全球环境介质中均被检出，并在动植物的组织器官中也检测到了 PFOS 和 PFOA 的存在，且水产动物源性食品中全氟化合物残留水平明显高于陆源食品。国家“十四五”规划和 2035 年远景目标纲要中明确提出了“重视新污染物治理”的工作部署，《新污染物治理行动方案》进一步推进新污染物环境风险管理，健全新污染物治理体系，我国对 PFCs 污染的重视程度与日俱增。本次能力验证工作旨在了解全国相关检验检测机构全氟化合物检测能力的整体水平，保证质量安全，为食品质量安全风险监测数据的可靠、可比提供技术保障。

2.2 参加实验室概况

本项目具体承担单位中国检验检疫科学研究院测试评价中心及协作单位谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司向全国各省、自治区、直辖市具有全氟化合物检测资质及可能有扩项意向的实验室进行了电话和邮件邀请，有 38 家机构报名，其中 23 家为强制参加机构，占参加机构总数的 60.5%。在样品发放前，有 10 家机构由于相关资质取消、搬迁等原因报名后申请退出（其中强制参加机构 3 家）。最终，本次能力验证有来自 14 个省、自治区、直辖市的共 28 家实验室实际参加并全部返回结果，主要涉及各省市海关技术中心、市场监管实验室（中心或所）以及第三方检测机构。其中强制参加实验室为 20 家，自愿参加实验室为 8 家，具体地域和行业分布情况见图 1 与图 2。

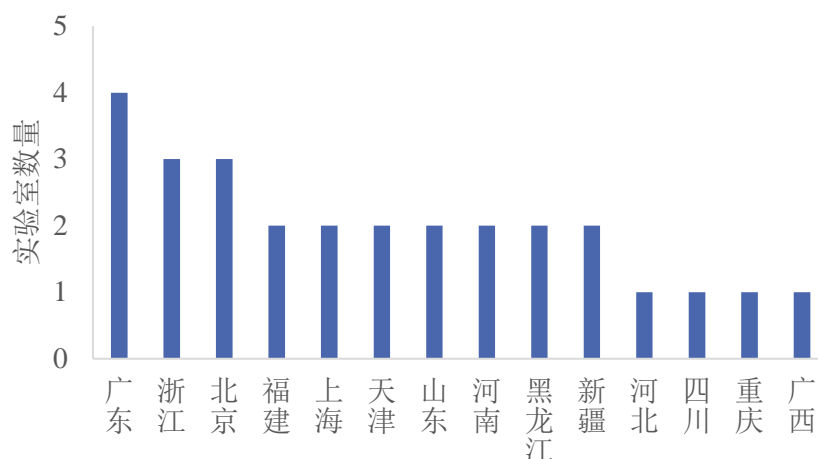


图 1 参加实验室地域分布

参加能力验证的 28 家实验室中，各省市海关系统共 5 家，占比 17.8%；市场监管实验室（中心或所）共 12 家，占比 42.9%；第三方检测实验共有 11 家，占比 39.3%。

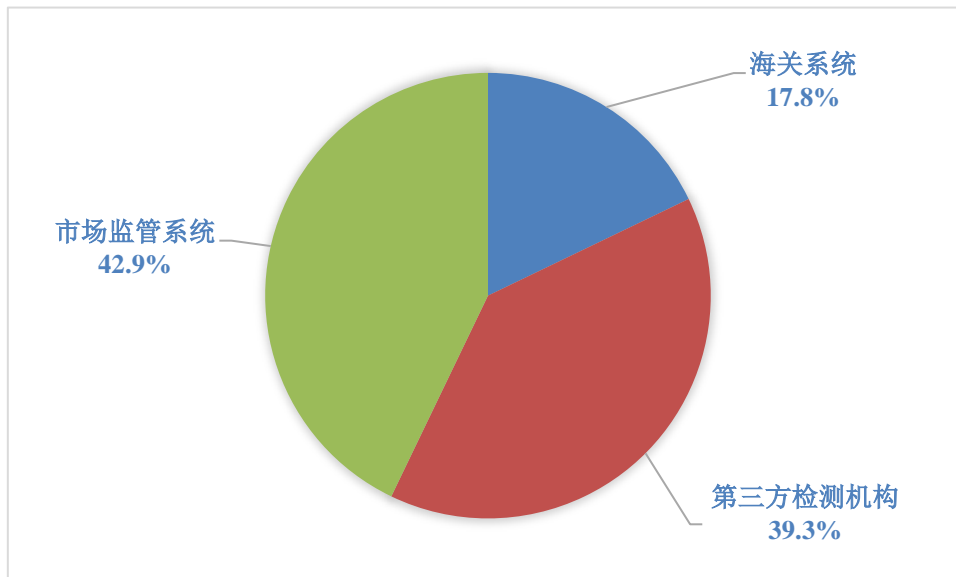


图 2 参加实验室行业分布

本次能力验证中强制参加实验室为 20 家，占比 71.4%；自愿参加实验室为 8 家，占比 28.6%；具体情况见图 3。

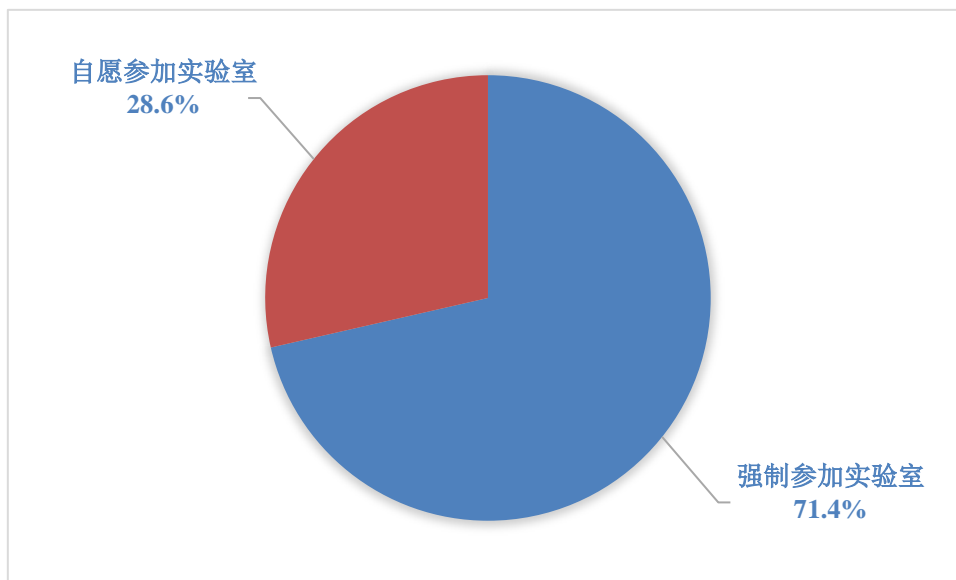


图 3 强制和自愿参加实验室占比

2.3 方案设计

本次能力验证方案设计遵循 GB/T 27043-2012《合格评定能力验证的通用要

求》、CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》、CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》和认监委能力验证的有关要求。

2.3.1 样品设计

本次能力验证样品类型为阳性天然鱼肉冻干粉，涉及项目为全氟辛烷磺酸和全氟辛酸。根据方案设计，制备了I、II、III共三组不同浓度水平的样品，其中II组和III组为检测样品，用于参加机构检测能力评估，I组为干扰样品。样品发放前，对检测样品进行了均匀性和稳定性检验，均匀性检验和稳定性检验结果符合能力验证样品要求。

2.3.2 样品制备

本次能力验证综合考虑 GB 5009.253-2016《食品安全国家标准 动物源性食品中全氟辛烷磺酸（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）的测定》、SN/T 3544-2013《出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》的要求和日常检测工作中实际样品情况，选取广泛关注且具有重大经济效益和社会效益的水产类产品-鲫鱼作为基质，通过在特定待测物浓度的水体中养殖的方式得到阳性天然样品，然后经过宰杀、搅碎、匀浆、冻干、粉碎、混匀等步骤处理后，在粉末灌装机的搅拌下灌装于铝箔袋中，每份约 20g，真空密封。每组样品分装约 300 袋。根据内部编号分别贴加标签，以免混淆。制备完成的样品置于-15℃以下冷冻保存。

2.3.3 样品标识与分发

样品发放时，采用两层包装。第一层为铝箔袋真空包装，内装检测样品；第二层为统一订制的硬质牛皮包装盒进行外包装并加贴封胶带，同时内附参试指导书。纸盒外侧粘贴带有参加实验室代码的快递单，通过京东快递发放给各参加实验室，样品常温运输，到达实验室后，-15℃以下冷冻保存，具体能力验证样品如图 4 所示。



图 4 能力验证样品示意图

2.3.4 样品均匀性和稳定性检验

本次能力验证样品的均匀性和稳定性检测均采用 SN/T 3544-2013《出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》的方法进行。

2.3.4.1 均匀性检验

从分装好的II组和III组样品中随机抽取样品各 10 份 ($m=10$)，每个样品在同样的条件下平行测试 2 次。

(1) 样品发送前：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 F 检验对样品进行均匀性检验。若 $F <$ 自由度为 (f_1, f_2) 及给定显著性水平 α (通常 $\alpha=0.05$) 的临界值 $F_\alpha(f_1, f_2)$ ，表明样品内和样品间无显著性差异，样品是均匀的。可以进行样品发送。

(2) 参加实验室检测数据回收之后：采用 $S_s \leq 0.3\sigma$ 进行均匀性核验。用样品之间不均匀性的标准偏差 S_s 除以参加实验室检测数据汇总统计得出的标准偏差 σ ，以比值小于等于 0.3 为原则确定样品是否均匀。若 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，表明样品间无显著性差异，样品是均匀的。若 $S_s > 0.3\sigma$ ，则表明均匀性带来的偏差不能忽略，应在指定值的不确定度计算中考虑不均匀性带来的不确定度，并在能力评定时予以考虑。

能力验证均匀性数据见附录 C1。

2.3.4.2 稳定性检验

样品的稳定性检验主要考察运输和时间对样品中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸含量的影响，依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》，对样品采用两种类型的稳定性试验：

(1) 运输稳定性检验：根据参加者地理位置情况，选择地理位置最南边（广东）和最北边（黑龙江）的地址，从II组和III组样品中各随机抽取 3 份样品，用京东快递寄送，到达目标地点后立即召回。本中心收到样品后，对其进行运输稳定性考察，每份样品平行测定 2 次，采用平均值一致性检验法（t 检验）评估两批样品与均匀性试验结果的一致性。

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

式中： \bar{x} — 均匀性检验测量数据的平均值；

\bar{y} — 稳定性检验测量数据的平均值；

s_1 — 均匀性检验测量数据的标准差；

s_2 — 稳定性检验测量数据的标准差；

n_1 — 均匀性检验测量的测量次数；

n_2 — 稳定性检验测量的测量次数。

若 $t < t_{(1-\frac{\alpha}{2}), (n_1+n_2-2)}$ ，则在显著性水平 α (通常 $\alpha = 0.05$) 条件下，该样与均匀性样品结果无显著性差异，样品运输是稳定的。

(2) 储存稳定性检验：样品-15℃以下冷冻保存，分别于样品发放前（2023年6月）、检测过程中（2023年7月）和结果回收后（2023年8月）随机抽样，每次均按照随机数表从II组和III组样品中各抽取 3 个样品，每份样品平行测定 2 次，分别考察样品参数含量在能力验证计划周期内每一次稳定性均值与均匀性均值的一致性。

若 $t < t_{(1-\frac{\alpha}{2}), (n_1+n_2-2)}$ ，则在显著性水平 α (通常 $\alpha = 0.05$) 条件下，该样与均匀性样品结果无显著性差异，样品储存是稳定的。

(3) 采用 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 准则进一步验证样品的稳定性

数据回收后，对每次稳定性（运输稳定性和储存稳定性）检测数据进行验证。稳定性检测获得均值 \bar{y} ，与均匀性检验的均值 \bar{x} 的差值的绝对值除以参加实验室检测数据汇总统计得出的标准偏差 σ ，以比值小于等于 0.3 为原则验证样品的稳定性。若 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，则表明样品在各种稳定性考察中是稳定的，若 $S_s > 0.3\sigma$ 则

表明稳定性带来的偏差不能忽略，应对不稳定性的影响进行量化，并在能力评定中予以考虑。

能力验证稳定性数据见附录 C2。

2.3.5 检测方法

本次能力验证计划的测试项目为：全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)，为定量检测项目。不限定检测方法，建议使用以下国家或行业标准：GB 5009.253-2016《食品安全国家标准 动物源性食品中全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)的测定》、SN/T 3544-2013《出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》或等效方法。但当采用非标准方法或机构自制方法，要求参加机构在结果报告单中提供详细的方法描述。

2.3.6 能力评价的原则

本次能力验证结果统计与评价方法依据 ISO 13528:2015《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》等标准规范中的相关要求。

本次能力验证采用 z 比分数对实验室进行评价。

z 比分数的计算公式为：
$$z = \frac{x - X}{\sigma}$$

式中：

x—参加者检测结果；

X—指定值；

σ —能力评定标准差。

z 比分数的大小代表各实验室的结果(x)与稳健估计值的偏离程度，符号“+”和“-”代表与稳健估计值的偏离方向。以下列准则评价参加者的结果，即：

| z | < 3.0 为合格结果；

| z | ≥ 3.0 为不合格结果，行动信号。

参加者宜根据行动信号对其测量程序进行检查，以防止新生问题或复发问题的出现。本次能力验证不设置补测环节。

2.3.7 防串通措施

为确保能力验证结果的客观真实，项目在实施过程中，严禁参加机构相互串通结果。实施机构对每个参加机构赋予唯一性代码，样品发送、结果报告等均以代码标识。此外，还采取以下措施：

(1) 向每家参加机构发放三组样品，在检测结果上报前实施保密措施，使参加机构不能分辨干扰样品。

(2) 规定参加机构收到样品起 10 个工作日内将检测结果报送到项目承担单位，防止参加机构反复测量，比对试验数据。

(3) 要求参加机构提供原始记录和相关谱图。

2.3.8 计划日程

本次能力验证计划从 2023 年 4 月 23 日起邀请实验室报名，2023 年 4 月开始设计方案，2023 年 5~7 月制备样品，2023 年 7 月 24 日向参加实验室发送样品，在 2023 年 8 月 18 日前完成全部结果的回收，随后对结果进行汇总、分析，9 月中旬发布中期结果汇总表。2023 年 11 月完成最终的技术报告。

2.3.9 协作单位分工

本次能力验证由中国检验检疫科学研究院测试评价中心与谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司共同协作完成。其中中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责方案设计、样品制备及发放、数据汇总统计处理、技术报告撰写等工作。谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司负责协助方案设计、报名邀请、技术报告的评审等工作。

3 结果统计及能力评价

3.1 结果数据的频率分布

将各参试实验室的结果进行汇总、统计、专业判断剔除粗大误差（如抄写错误、样品数据报错、小数点错误等），经技术分析，本次实验室结果均不存在异常值，因此无需进行异常值的剔除。统计每组结果分组数据的频率，根据分组及频率作直方图和正态分布曲线图（见附录 B），频率柱状分布图表明本次能力验证回收的结果总体单峰特征明显，近似对称分布，因此本次数据统计采用稳健

(Robust) 统计技术, 以减少极端值 (即离群值) 对统计结果的影响。

3.2 统计分析的具体方法

3.2.1 指定值

采用稳健统计的中位值作为指定值。

按递增顺序排列 p 个数据, 表示为:

$$x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p。$$

这些数据的中位值, 可按下式计算:

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

3.2.2 能力评定标准差

由于鱼肉中全氟化合物属于痕量检测, 如采用参加机构检测结果统计得到的稳健标准差作为能力评定标准差, 当检测结果与指定值之差小于检测方法重复性要求时, 可能被误判为不合格结果; 同时, 相关的检测方法未给出再现性参数, 因此, 本次能力验证依据 ISO 13528:2015 中第 8.4 章的方法, 采用 Horwitz 公式 (经 Thompson 修正) 计算的标准差作为能力评定标准差, 具体算法如下:

$$\sigma_{pt} = \begin{cases} 0.22c & (c < 1.2 \times 10^{-7}) \\ 0.02c^{0.8495} & (1.2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0.138) \\ 0.01c^{0.5} & (c > 0.138) \end{cases}$$

C 为被测物的质量分数, $0 \leq C \leq 1$

3.2.3 指定值的不确定度

指定值 X 的不确定度计算公式为: $u_x = 1.25 \times s^* / \sqrt{p}$

式中:

S^* —稳健标准差;

p —参加实验室的数量。

由于本次能力验证各项目指定值的不确定度 $u_x < 0.3\sigma$, 故结果评价时, 指定值的不确定度可忽略不计。

本次能力验证给出以下统计量: 结果总数 N 、中位值、能力评定标准差、指

定值 X 的不确定度、变异系数 (CV)。本次能力验证评价的参数为每个样品分别的 z 值。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》。

3.3 统计量汇总

本次能力验证共有 28 家实验室参加, 28 家参加实验室报告结果, 检测结果统计量见表 1, 实验室检测结果和统计评价数据见附录 A。

注: 为便于统计和实验室查看, 在本报告表 1~表 3 中将样品标识赋予不同颜色区别, 其中绿色对应第II组样品, 紫色对应第III组样品。

表 1 检测结果统计量汇总

项目	组别	结果数 (个)	中位值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	能力评定标 准差($\mu\text{g}/\text{kg}$)	指定值不 确定度 u_x	变异系数 CV(%)
全氟辛烷 磺酸 (PFOS)	II	28	44.5	9.79	2.31	22.0
	III	28	4.80	1.06	0.25	22.1
全氟辛酸 (PFOA)	II	28	2.04	0.449	0.11	22.0
	III	28	0.900	0.198	0.05	22.0

3.4 合格结果、不合格结果参加者综述

3.4.1 全氟辛烷磺酸项目

28 家实验室参加全氟辛烷磺酸项目的测试, 28 家实验室提交结果, 共 28 家实验室 56 个结果。其中, 27 家实验室结果为满意, 满意率为 96.4%。1 家实验室结果为不满意, 占 3.6%。具体为 56 个结果中, 54 个满意结果, 满意率为 96.4%; 2 个不满意结果, 占 3.6%。

3.4.2 全氟辛酸项目

28 家实验室参加全氟辛酸项目的测试, 28 家实验室提交结果, 共 28 家实验室 56 个结果。其中, 28 家实验室结果为满意, 满意率为 100%。具体为 56 个结果中, 56 个满意结果, 满意率为 100%。

本计划项目评判为合格的结果情况见表 2, 不合格的结果情况见表 3。各参加者结果和结果评价见附录 A。

表 2 结果合格情况

项目	组别	强制实验室结果汇总			自愿实验室结果汇总			合格率 (%)
		结果数 (个)	合格结果数 (个)	合格率 (%)	结果数 (个)	合格结果数 (个)	合格率 (%)	
全氟辛烷磺酸 (PFOS)	II	20	19	95.0	8	8	100	96.4
	III	20	19	95.0	8	8	100	96.4
全氟辛酸 (PFOA)	II	20	20	100	8	8	100	100
	III	20	20	100	8	8	100	100

3.5 不合格参加者代码汇总

表 3 不合格实验室汇总表

项目	组别	结果 (个)	强制实验室结果汇总			自愿实验室结果汇总			
			不合格 (个)	代码	占比 (%)	结果 (个)	不合格 (个)	代码	占比 (%)
全氟辛烷磺酸 (PFOS)	II	20	1	CNCA-23-03-009	5	8	0	—	0
	III	20	1	CNCA-23-03-009	5	8	0	—	0
全氟辛酸 (PFOA)	II	20	0	—	0	8	0	—	0
	III	20	0	—	0	8	0	—	0

4 技术分析

4.1 检测方法

本次能力验证反馈结果的 28 家实验室中, 有 26 家实验室采用 GB 5009.253-2016《食品安全国家标准 动物源性食品中全氟辛烷磺酸 (PFOS) 和全氟辛酸 (PFOA) 的测定》对全氟辛烷磺酸和全氟辛酸项目进行检测, 有 25 家获得合格结果, 合格率为 96.2%。2 家实验室采用 SN/T 3544-2013《出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》对全氟辛烷磺酸和全氟辛酸项目进行检测, 2 家实验室均获得合格结果, 合格率为 100%, 具体检测方法统计情况见表 4。

表 4 检测方法汇总表

测定方法	单位 (家)	结果数 (个)	合格结果数 (个)	满意率 (%)
GB 5009.253-2016	26	52	50	96.2
SN/T 3544-2013	2	4	4	100

4.2 方法的等效性评估

检测项目：全氟辛烷磺酸（PFOS）、全氟辛酸（PFOA）

差异性分析原理：使用相关项目涉及的检测方法检测同一批次样品，相同方法测试 10 次，通过检测方法两两比对，进行 F 检验和 t 检验验证两个方法的精密度是否存在差异性。

检测方法：GB 5009.253-2016、SN/T 3544-2013

等效性评估结果具体见表 5~表 8：

表 5 方法等效性评价 F 检验结果（II组）

F 检验				
检测项目	PFOS		PFOA	
检测方法	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013
均方	1.44	0.981	0.00676	0.00456
F	1.46		1.48	
$F_{0.95, (9,10)}$	3.02		3.02	
结论	$F < F_{0.95, (9,10)}$ ，表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异		$F < F_{0.95, (9,10)}$ ，表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异	

表 6 方法等效性评价 t 检验结果 (II组)

t 检验				
检测项目	PFOS		PFOA	
检测方法	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013
平均值	44.4	44.7	2.04	2.01
标准偏差	1.23	0.964	0.0875	0.0597
检测次数	10	10	10	10
t 值	0.727		0.985	
$t_{0.05,18}$	2.101		2.101	
结论	$t < t_{0.05,18}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异		$t < t_{0.05,18}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异	

表 7 方法等效性评价 F 检验结果 (III组)

F 检验				
检测项目	PFOS		PFOA	
检测方法	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013	GB 5009.253- 2016	SN/T 3544-2013
均方	0.0139	0.00830	0.000123	0.0000998
F	1.67		1.24	
$F_{0.95,(9,10)}$	3.02		3.02	
结论	$F < F_{0.95,(9,10)}$, 表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异		$F < F_{0.95,(9,10)}$, 表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异	

表 8 方法等效性评价 t 检验结果 (III组)

t 检验				
检测项目	PFOS		PFOA	
检测方法	GB 5009.253-2016	SN/T 3544-2013	GB 5009.253-2016	SN/T 3544-2013
平均值	4.84	4.78	0.904	0.896
标准偏差	0.109	0.0967	0.000892	0.000928
检测次数	10	10	10	10
t 值	1.236		1.690	
$t_{0.05,18}$	2.101		2.101	
结论	$t < t_{0.05,18}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异		$t < t_{0.05,18}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异	

结论：通过对项目检测方法原理、关键技术参数等方面的评估以及对各检测方法的精密度、检测结果两两比对，相关检测结果无显著性差异，该项目检测方法具有技术等效性。

4.3 检测过程的质量控制

本次能力验证活动对该领域实验室的检测水平有了一定了解，达到预期的效果。但仍有少数家实验室出现了不合格的结果。现将实验室产生偏差的可能原因分析归纳如下：

4.3.1 背景污染

由于实验室大量使用含氟类的产品，PFCs 无处不在。背景污染一般来自于实验过程中和样品有接触的试剂、材料等，甚至在检测高浓度的样品后，检测仪器也会有残留，也将造成背景污染。面对这些情况，实验分析中常常采取的措施是采用试剂空白、程序空白等来监测背景污染，当程序空白出现污染时，实验室通常采取扣除空白含量作为最终结果。事实上，这是不科学的。若空白出现污染的情况后，必须先消除这些污染，再测定样品。为防止出现背景污染，在采样与样品前处理过程中应避免使用聚四氟乙烯（PTFE）或者其它含氟聚合物材质的器皿。所有使用器皿为聚丙烯材料，并且使用前先用甲醇和超纯水淋洗。

4.3.2 基质干扰

样品基质可能会使背景升高，导致分析仪器的灵敏度和准确度下降，严重时还会影响电喷雾离子源离子化的效率。日常检测中，实验室一般通过内标物的校正来降低基质干扰的影响，选择的内标物最好为同等碳链长度的同位素标记的分析物。另外，采取多对离子进行采集，并选取响应值较高的离子对进行定量分析，也可以降低基质干扰的影响。

4.3.3 检测过程

实验室使用液相色谱串联三重四级杆质谱（LC-MS/MS）对样品中 PFCs 的含量进行测定。测试过程中应避免使用 PTFE 或者其它含氟聚合物材质的管路，色谱管道为全 PEEK 塑料管路或者不锈钢管路，使用设备前先用甲醇清洗，在每批样品中加做一个程序空白，以检验是否存在仪器污染。在测样过程中，每进样检测 4 次，进一次标准作为质量控制，检测仪器信号漂移。如果检测到的标准偏离原始检测值的 $\pm 20\%$ ， $R^2 < 0.99$ 时，需重新制作标准曲线定量。

4.3.4 标准物质的影响

标准物质是定量测试的基础，是检测过程质量控制的关键要素，正确的使用标准物质能够保证测量量值的准确和可靠。进行分析测量之前，应充分考察标准物质的来源，保证测量的溯源性，同时考虑标准物质的供应量、可获得性及相关测量技术，选择和使用有证标准物质。标准物质的保存应在规定的储存条件下进行，并在有效期内使用，对于开封时间比较长的标准物质，建议进行期间核查。

本次能力验证有少部分实验室未在原始记录中体现标准物质证书编号/提供者等相关信息，为分析结果的溯源性增加了难度，希望各机构能够在原始记录中做好标准物质相关信息的填写。

4.3.5 标准曲线的配制过程

校准曲线是描述被测物含量与检测仪器响应值或指示量定量关系的曲线，实验室应采用校准曲线的分析方法保证定量结果。在样品测得信号值后，从校准曲线上可以查得其含量(或浓度)。校准曲线的绘制，直接影响到样品分析结果的准确与否。实验室应加强对校准曲线的管理控制，充分保证检测数据可靠和准确，

是实验室防范风险、做好实验室质量管理的重要环节。确定校准曲线的线性范围是使用校准曲线及确保测量值准确可靠的前提。标准曲线的范围包括三个方面：一、测量系统正常操作条件下标准曲线应当尽可能覆盖被测量值的范围，二、标准曲线每个浓度大致等间隔分布在曲线上；三、线性相关系数应满足定量要求。本次能力验证中涉及的两个检测方法均给出了推荐的校正曲线的线性范围，但实际操作中，建议实验室应进行预实验，关注样品的特性值含量在校正曲线中的位置，选择合适的校正曲线的线性范围，获得更准确的定量结果。另外，建议部分实验室完善原始记录中关于校准曲线配制过程的相关记录，以便进行进一步分析。

4.3.6 加标回收试验

加标回收试验是指在测定样品的同时，于同一样品的子样中加入一定量的标准物质进行测定，将其测定结果扣除样品的测定值，以计算回收率。加标的数量和质量应该与样品中的待测物质的量监控在同一个范围内，其中应注意的规定如下所示：（1）加标量尽量与样品中待测物含量相等或相近。（2）在样品中准备测量的物体含量与检出限接近时，加标的质量和数量应控制在校准的曲线较低浓度的范围。（3）在任何情况下加标量均不得大于待测物含量的 3 倍。（4）加标后的测量定值不能超出方法的测量的上限 90%。（5）样品准备的测量物质中浓度高出校准曲线所处的中间浓度时，加标的浓度须控制在准备的测量物质浓度的 50%。

5 总结

本次能力验证样品采用在特定待测物浓度的水体中养殖的方式得到阳性天然鲫鱼，样品按照设计浓度进行加工制备，充分的保证了样品的均匀性。样品基质与日常检测样品基体相似，有利于考察各实验室的实际检测水平，用此能力验证样品考察参加实验室的实际检测能力，具有很强的现实意义。

本次能力验证计划的参加实验室覆盖了全国 14 个省、自治区和直辖市，全国 28 家实验室参加。参加实验室类别涉及海关系统实验室、质量监督系统实验室和第三方检测机构，充分说明此次能力验证计划具有广泛的参与性和代表性。

本次能力验证计划，从方案的设计到实施，得到了市场监管总局、相关技术和统计专家的大力指导和帮助，从而使得本次能力验证计划方案实施严谨、进展顺利，获得参加实验室的广泛认可。

6 建议

本次能力验证个别实验室结果出现不满意情况，建议这些实验室参照本报告给出的信息，根据相关的标准和规范，结合自身的实际，认真对本实验室的数据进行评估，真正找出差距和问题所在，制定纠正措施，有效整改，对检测结果进行有效的质量控制，持续保持和提高技术能力及管理水平。

参加实验室提交结果时，建议严格按照参试指导书及能力验证平台在线结果提交的要求进行提交，以便协调者最后的统计分析。同时也建议参加实验室加强对上报结果和实验过程相关信息的审核。另外，存在实验室在能力验证平台在线报名时，选错报名项目的问题，建议实验室在线报名时，请务必仔细核对所报名项目的项目编号以及项目名称，避免出现选错报名项目等问题。

7 能力验证组织情况

7.1 计划的组织者

国家市场监督管理总局认可与检验检测监督管理司

联系人：郭栋

7.2 计划协调者

承担单位：中国检验检疫科学研究院测试评价中心

负责人：陈冬东

协作单位：谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司

联系人：韩建勋

7.3 技术运作人员

陈冬东、余丽波、雷思佳、彭涛

7.4 数理统计人员

余丽波、雷思佳、杨昭颖、白雅欣、顾传启、彭涛

7.5 本报告编写人员

余丽波、雷思佳

8 参考文献

1. CNAS-RL02:2018 《能力验证规则》
2. CNAS-GL002:2018 《能力验证结果的统计处理和评价指南》
3. CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》
4. ISO 13528:2015 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》
5. CNAS-GL032:2018 《能力验证的选择核查与利用指南》
6. CNAS-CL03: 2010 《能力验证提供者认可准则》

附录 A 参加者结果和结果评价

附表 A-1 参加者结果和结果评价汇总表（全氟辛烷磺酸（PFOS））

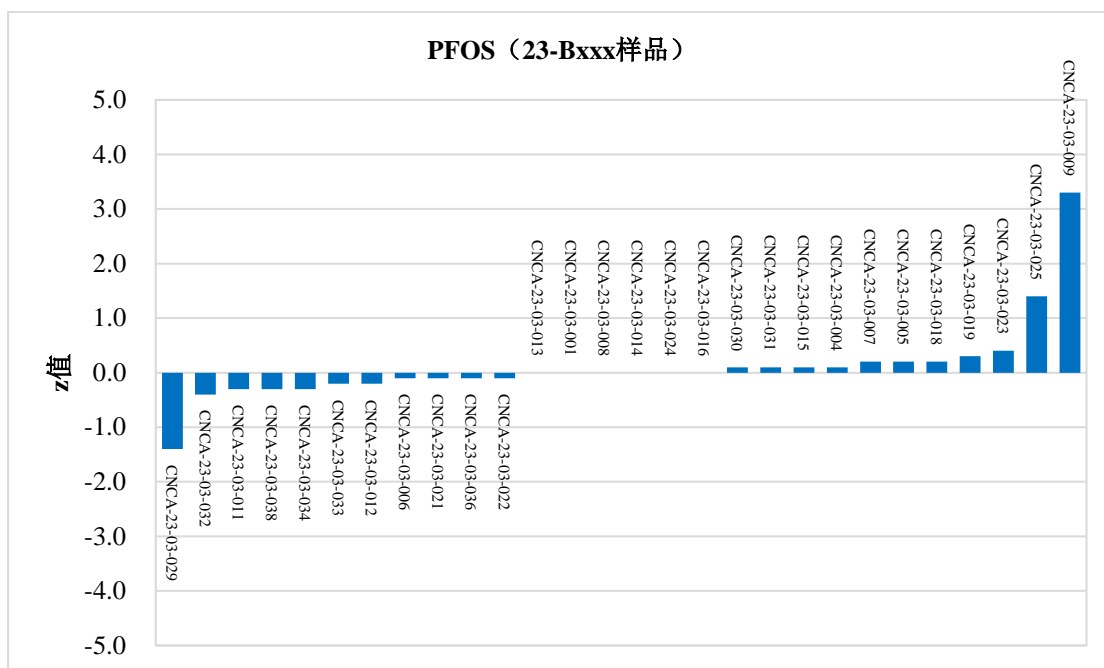
实验室代码	23-Bxxx 样品		23-Cxxx 样品		全氟辛烷磺酸（PFOS）				
	编号	组别	编号	组别	B 结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	z(B)	C 结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	z(C)	检测方法
CNCA-23-03-001	23-B350	II	23-C514	III	44.5	0.0	4.78	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-004	23-B370	II	23-C829	III	45.1	0.1	5.08	0.3	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-005	23-B770	II	23-C102	III	46.7	0.2	5.01	0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-006	23-B727	II	23-C276	III	43.9	-0.1	4.53	-0.3	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-007	23-B462	II	23-C672	III	46.1	0.2	4.84	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-008	23-B210	II	23-C932	III	44.7	0.0	4.84	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-009	23-B802	II	23-C971	III	77.1	3.3	8.53	3.5	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-011	23-B747	II	23-C398	III	41.8	-0.3	4.14	-0.6	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-012	23-B719	II	23-C613	III	42.9	-0.2	4.62	-0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-013	23-B429	II	23-C164	III	44.6	0.0	4.70	-0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-014	23-B286	II	23-C868	III	44.3	0.0	4.80	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-015	23-B606	II	23-C464	III	45.9	0.1	4.88	0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-016	23-B179	II	23-C345	III	44.2	0.0	4.90	0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-018	23-B296	II	23-C994	III	46.4	0.2	5.08	0.3	SN/T 3544-2013
CNCA-23-03-019	23-B170	II	23-C417	III	47.4	0.3	4.92	0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-021	23-B714	II	23-C130	III	43.6	-0.1	4.56	-0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-022	23-B685	II	23-C162	III	43.2	-0.1	4.86	0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-023	23-B373	II	23-C608	III	48.4	0.4	5.25	0.4	SN/T 3544-2013
CNCA-23-03-024	23-B801	II	23-C832	III	44.5	0.0	4.80	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-025	23-B962	II	23-C572	III	58.6	1.4	5.52	0.7	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-029	23-B199	II	23-C348	III	30.4	-1.4	3.12	-1.6	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-030	23-B295	II	23-C333	III	45.3	0.1	4.61	-0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-031	23-B377	II	23-C783	III	45.0	0.1	4.79	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-032	23-B528	II	23-C188	III	41.0	-0.4	4.24	-0.5	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-033	23-B831	II	23-C323	III	42.1	-0.2	4.28	-0.5	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-034	23-B205	II	23-C269	III	41.8	-0.3	4.61	-0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-036	23-B610	II	23-C471	III	43.2	-0.1	4.76	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-038	23-B653	II	23-C313	III	41.2	-0.3	4.27	-0.5	GB 5009.253-2016

注： $|z| < 3.0$ 为合格结果； $|z| \geq 3.0$ 为不合格结果。

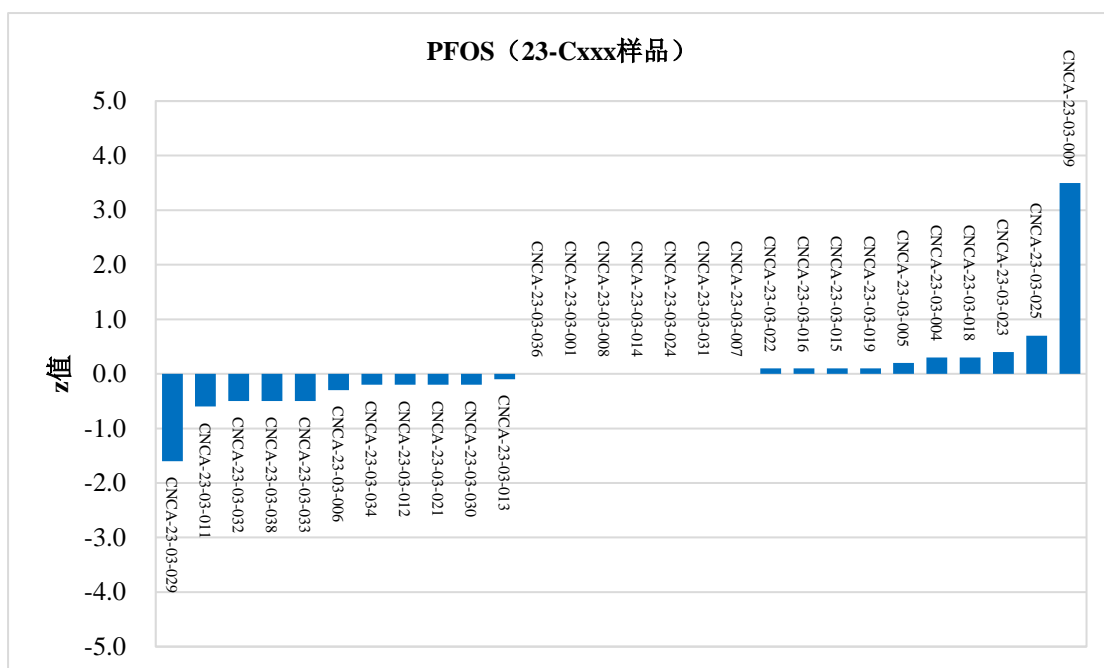
附表 A-2 参加者结果和结果评价汇总表（全氟辛酸（PFOA））

实验室代码	23-Bxxx 样品		23-Cxxx 样品		全氟辛酸（PFOA）				
	编号	组别	编号	组别	B 结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	z(B)	C 结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	z(C)	检测方法
CNCA-23-03-001	23-B350	II	23-C514	III	2.00	-0.1	0.898	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-004	23-B370	II	23-C829	III	1.92	-0.3	0.901	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-005	23-B770	II	23-C102	III	2.07	0.1	0.896	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-006	23-B727	II	23-C276	III	2.01	-0.1	0.898	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-007	23-B462	II	23-C672	III	2.04	0.0	1.05	0.8	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-008	23-B210	II	23-C932	III	2.05	0.0	0.893	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-009	23-B802	II	23-C971	III	2.02	0.0	0.800	-0.5	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-011	23-B747	II	23-C398	III	2.18	0.3	1.00	0.5	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-012	23-B719	II	23-C613	III	2.21	0.4	0.983	0.4	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-013	23-B429	II	23-C164	III	2.04	0.0	0.904	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-014	23-B286	II	23-C868	III	2.02	0.0	0.885	-0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-015	23-B606	II	23-C464	III	2.01	-0.1	0.918	0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-016	23-B179	II	23-C345	III	2.08	0.1	0.946	0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-018	23-B296	II	23-C994	III	2.04	0.0	0.913	0.1	SN/T 3544-2013
CNCA-23-03-019	23-B170	II	23-C417	III	2.10	0.1	0.887	-0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-021	23-B714	II	23-C130	III	1.96	-0.2	0.821	-0.4	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-022	23-B685	II	23-C162	III	1.96	-0.2	0.936	0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-023	23-B373	II	23-C608	III	2.07	0.1	0.986	0.4	SN/T 3544-2013
CNCA-23-03-024	23-B801	II	23-C832	III	2.09	0.1	0.909	0.0	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-025	23-B962	II	23-C572	III	1.99	-0.1	0.823	-0.4	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-029	23-B199	II	23-C348	III	1.79	-0.6	0.764	-0.7	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-030	23-B295	II	23-C333	III	2.02	0.0	0.888	-0.1	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-031	23-B377	II	23-C783	III	2.36	0.7	1.07	0.9	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-032	23-B528	II	23-C188	III	2.04	0.0	0.834	-0.3	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-033	23-B831	II	23-C323	III	1.86	-0.4	0.831	-0.3	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-034	23-B205	II	23-C269	III	1.91	-0.3	0.857	-0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-036	23-B610	II	23-C471	III	2.05	0.0	0.943	0.2	GB 5009.253-2016
CNCA-23-03-038	23-B653	II	23-C313	III	2.16	0.3	0.960	0.3	GB 5009.253-2016

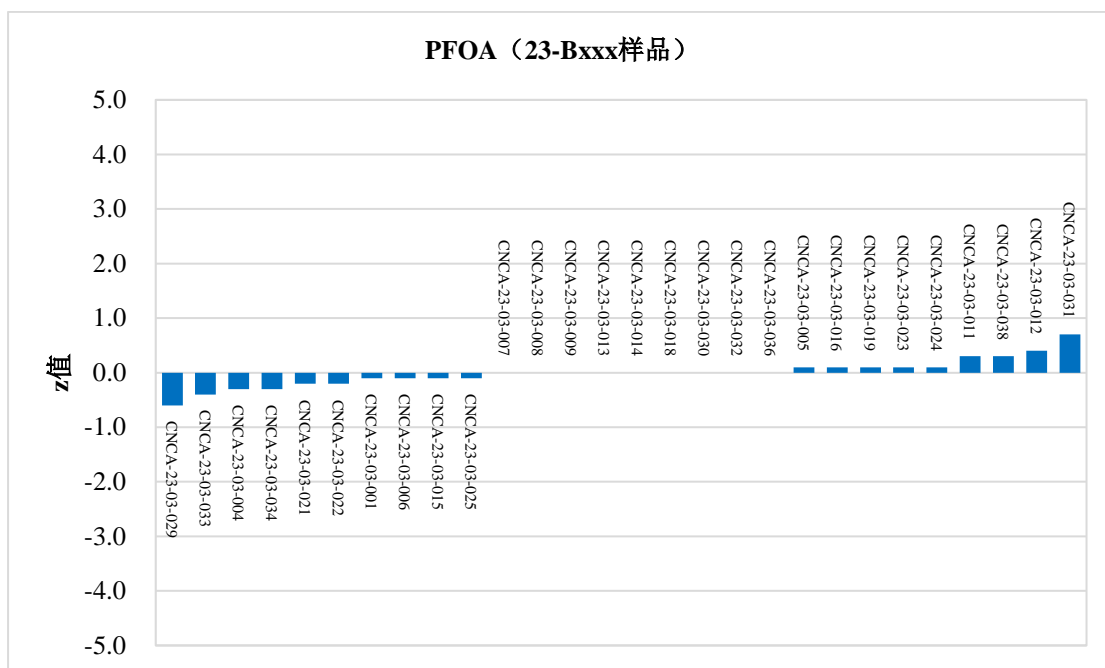
注：|z|<3.0 为合格结果；|z|≥3.0 为不合格结果。



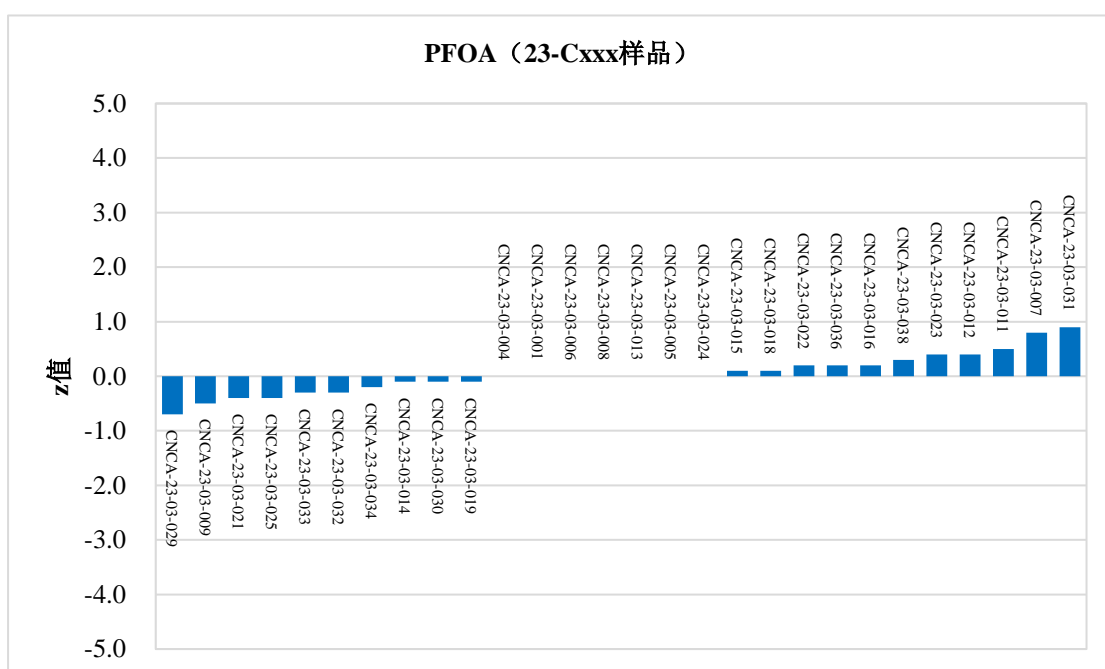
附图 A-1 参加者结果 z 比分数柱状图-全氟辛烷磺酸 (23-Bxxx 样品)



附图 A-2 参加者结果 z 比分数柱状图-全氟辛烷磺酸 (23-Cxxx 样品)

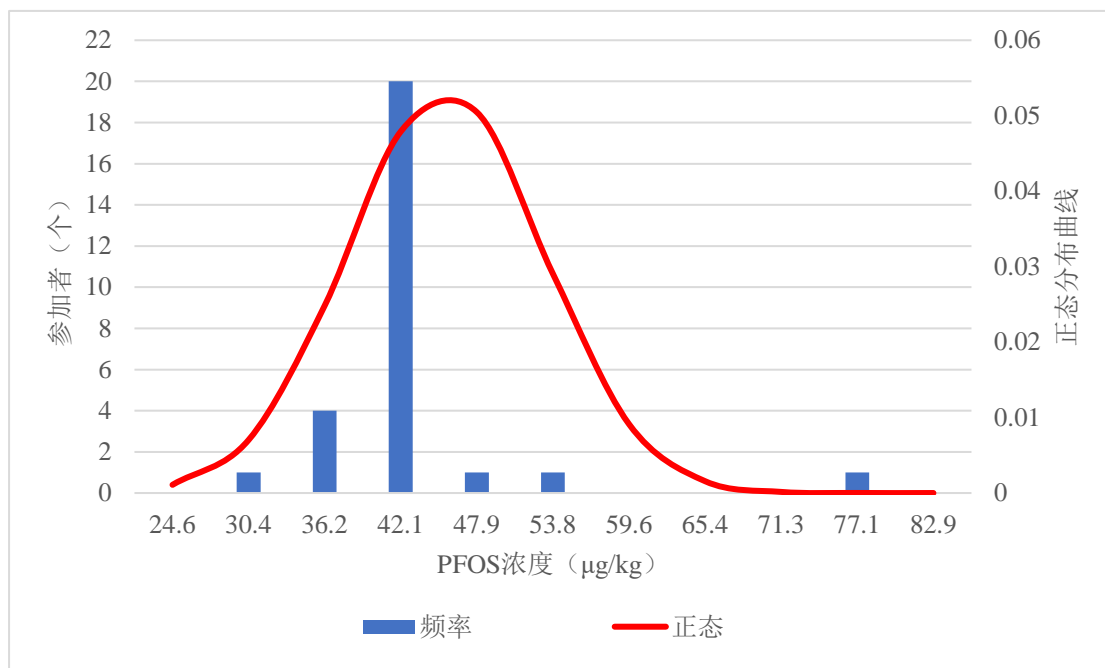


附图 A-3 参加者结果 z 比分数柱状图-全氟辛酸 (23-Bxxx 样品)

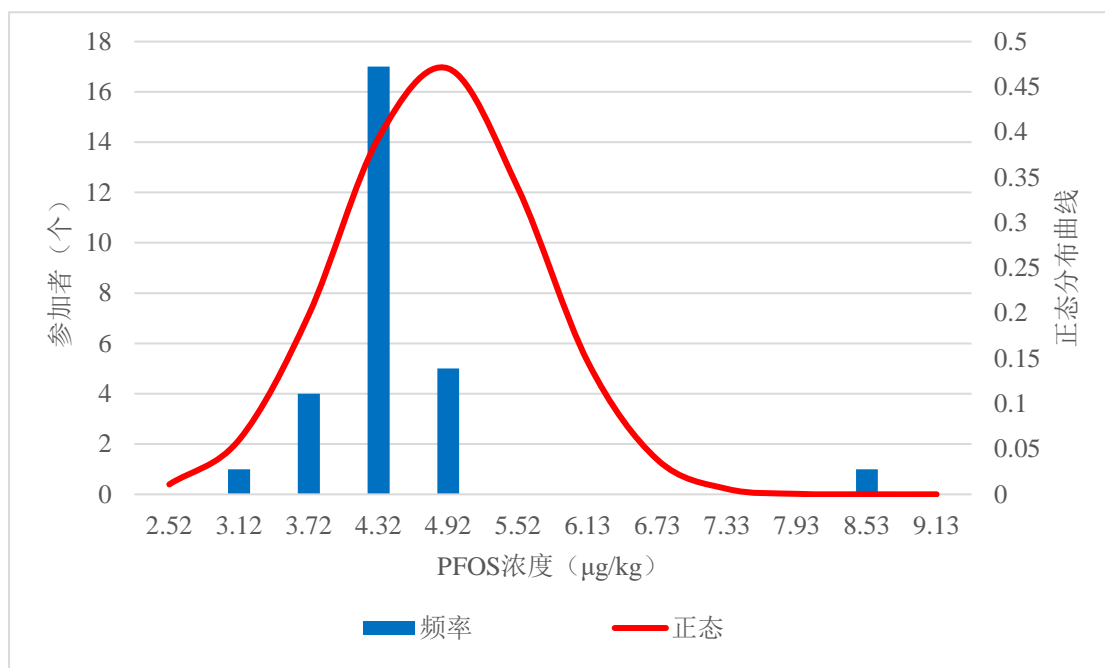


附图 A-4 参加者结果 z 比分数柱状图-全氟辛酸 (23-Cxxx 样品)

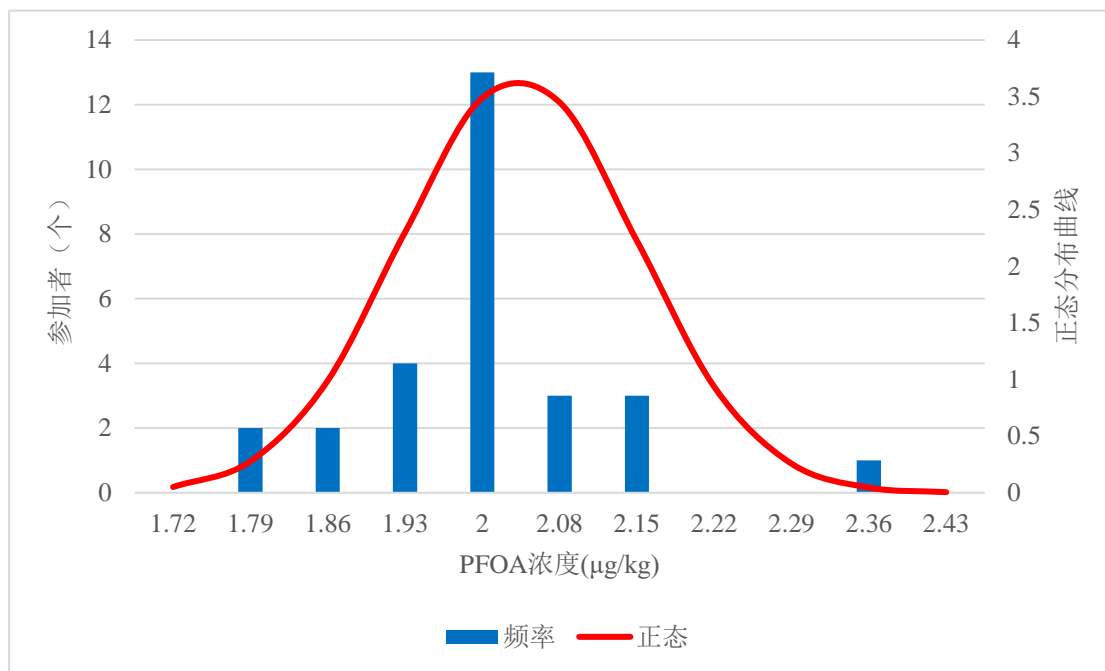
附录 B 实验室结果分布情况



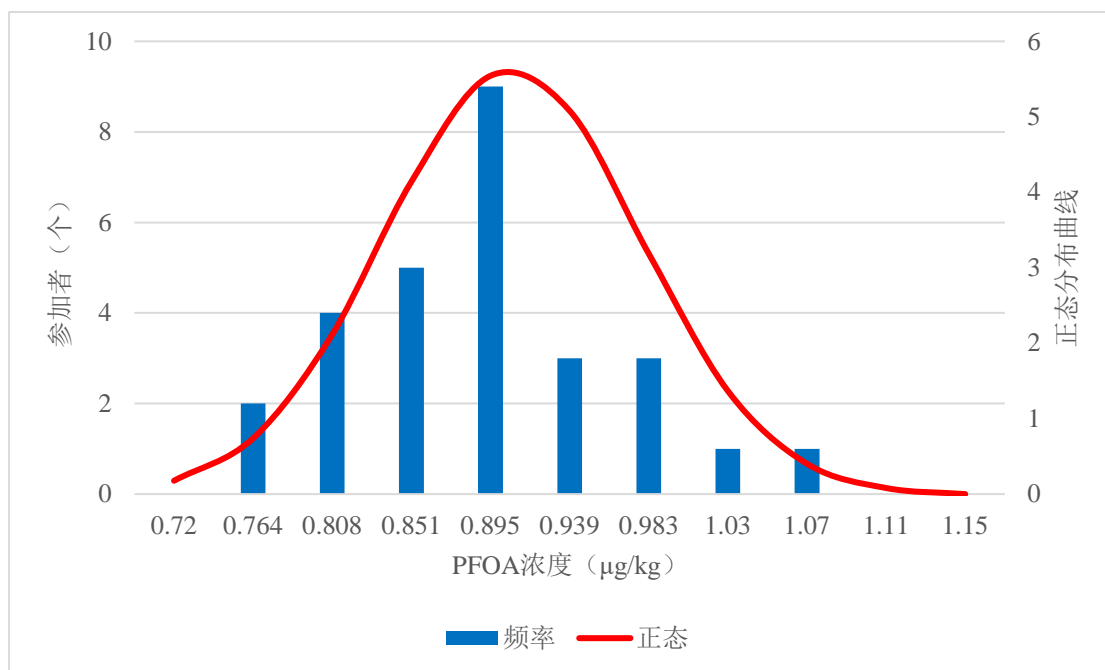
附图 B-1 II组 PFOS 检测结果分布情况



附图 B-2 III组 PFOS 检测结果分布情况



附图 B-3 II组 PFOA 检测结果分布情况



附图 B-4 III组 PFOA 检测结果分布情况

附录 C 样品均匀性和稳定性检验

C1 均匀性检验

表 C1-1 II组样品均匀性检验分析结果

测试次数 序号	PFOS		PFOA	
	$\bar{X}_{II,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$\bar{X}_{II,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$\bar{X}_{II,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$\bar{X}_{II,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)
1	44.3	43.1	2.05	1.98
2	46.4	44.9	2.08	2.02
3	42.9	44.2	2.09	2.03
4	44.7	46.3	1.98	1.94
5	44.5	43.7	2.01	1.95
6	43.2	43.9	1.96	2.04
7	44.7	43.8	2.04	1.97
8	42.6	44.2	2.11	2.05
9	43.9	45.1	2.07	2.12
10	45.4	44.6	2.01	1.94
总平均值 \bar{x}_{II} ($\mu\text{g/kg}$)	44.3		2.02	
方差来源	样品间	样品内	样品间	样品内
自由度 f	9	10	9	10
平方和 SS	12.3	7.26	0.0391	0.0198
均方 MS	1.36	0.726	0.00435	0.00198
F	1.88		2.20	
F 临界值	$F_{0.05(9,10)} = 3.02$		$F_{0.05(9,10)} = 3.02$	
不均匀性标准偏差 S_s	0.564		0.0344	
0.3σ	2.94		0.135	
结论	$F < F_{0.05(9,10)}$, $S_s \leq 0.3\sigma$, 结果表明该组样品是均匀的。		$F < F_{0.05(9,10)}$, $S_s \leq 0.3\sigma$, 结果表明该组样品是均匀的。	

表 C1-2 III组样品均匀性检验分析结果

测试次数 序号	PFOS		PFOA	
	$X_{m,1}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$X_{m,2}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$X_{m,1}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$X_{m,2}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
1	4.69	4.83	0.897	0.913
2	4.97	4.89	0.916	0.922
3	4.64	4.74	0.904	0.881
4	4.76	4.91	0.883	0.897
5	5.01	4.84	0.912	0.892
6	4.87	4.76	0.887	0.895
7	4.93	4.85	0.882	0.893
8	4.88	5.04	0.906	0.894
9	4.90	4.77	0.907	0.891
10	4.95	4.82	0.902	0.907
总平均值 \bar{x}_{m} ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	4.85		0.899	
方差来源	样品间	样品内	样品间	样品内
自由度 f	9	10	9	10
平方和 SS	0.125	0.0827	0.00159	0.00101
均方 MS	0.0138	0.00827	0.000177	0.000101
F	1.67		1.74	
F 临界值	$F_{0.05}(9,10) = 3.02$		$F_{0.05}(9,10) = 3.02$	
不均匀性标准偏差 S_s	0.0528		0.00614	
0.3σ	0.318		0.0594	
结论	$F < F_{0.05}(9,10)$, $S_s \leq 0.3\sigma$, 结果表明该组样品是均匀的。		$F < F_{0.05}(9,10)$, $S_s \leq 0.3\sigma$, 结果表明该组样品是均匀的。	

C2 稳定性检验

表 C2-1 II组样品稳定性检验分析结果

检验阶段	序号	PFOS		PFOA	
		$y_{II,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{II,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{II,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{II,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)
1 运输稳定性- 南边	1	46.2	45.4	1.92	1.87
	2	43.7	42.8	2.04	1.96
	3	44.5	45.6	2.07	1.99
2 运输稳定性- 北边	1	43.8	44.3	2.13	2.15
	2	43.6	43.1	1.97	2.01
	3	44.2	43.7	1.98	2.03
3 储存稳定性- 样品发放前	1	44.9	44.2	2.08	2.04
	2	45.5	46.2	2.13	2.09
	3	42.8	43.7	1.96	1.91
4 储存稳定性- 检测过程中	1	43.4	42.9	2.07	2.14
	2	45.7	46.4	2.02	1.96
	3	44.3	43.8	2.15	2.09
5 储存稳定性- 结果回收后	1	46.5	45.9	1.92	1.97
	2	44.8	45.7	2.06	1.98
	3	43.2	43.6	1.88	1.95
检验结果II, 1		t = 0.67		t = 1.44	
检验结果II, 2		t = 1.10		t = 0.72	
检验结果II, 3		t = 0.41		t = 0.40	
检验结果II, 4		t = 0.17		t = 1.58	
检验结果II, 5		t = 1.10		t = 2.02	
$ \bar{x}_{II} - \bar{y}_1 $		0.4		0.04	
$ \bar{x}_{II} - \bar{y}_2 $		0.5		0.03	
$ \bar{x}_{II} - \bar{y}_3 $		0.3		0.02	
$ \bar{x}_{II} - \bar{y}_4 $		0.1		0.05	
$ \bar{x}_{II} - \bar{y}_5 $		0.7		0.06	
0.3 σ		2.94		0.135	
结论		$t_{0.975,24}=2.06$, 因各点的 t 值均 < $t_{0.975,24}$, 且均匀性平均值与稳定性平均值的绝对差值 < 0.3 σ , 说明样品是稳定的。		$t_{0.975,24}=2.06$, 因各点的 t 值均 < $t_{0.975,24}$, 且均匀性平均值与稳定性平均值的绝对差值 < 0.3 σ , 说明样品是稳定的。	

表 C2-2 III组样品稳定性检验分析结果

检验阶段	序号	PFOS		PFOA	
		$y_{III,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{III,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{III,1}$ ($\mu\text{g/kg}$)	$y_{III,2}$ ($\mu\text{g/kg}$)
1 运输稳定性- 南边	1	4.87	4.93	0.886	0.893
	2	4.69	4.75	0.905	0.918
	3	4.94	4.86	0.912	0.897
2 运输稳定性- 北边	1	4.68	4.81	0.894	0.913
	2	4.83	4.79	0.919	0.908
	3	4.87	4.75	0.893	0.901
3 储存稳定性- 样品发放前	1	4.72	4.81	0.887	0.895
	2	4.61	4.74	0.912	0.893
	3	5.04	4.99	0.895	0.886
4 储存稳定性- 检测过程中	1	4.85	4.92	0.899	0.891
	2	4.64	4.73	0.920	0.914
	3	4.77	4.89	0.918	0.912
5 储存稳定性- 结果回收后	1	4.68	4.75	0.881	0.902
	2	4.73	4.64	0.889	0.876
	3	4.92	4.86	0.892	0.907
检验结果III, 1	t = 0.23		t = 0.45		
检验结果III, 2	t = 1.24		t = 0.93		
检验结果III, 3	t = 0.54		t = 0.74		
检验结果III, 4	t = 0.95		t = 1.61		
检验结果III, 5	t = 1.60		t = 1.27		
$ \bar{x}_{III} - \bar{y}_1 $	0.01		0.003		
$ \bar{x}_{III} - \bar{y}_2 $	0.06		0.006		
$ \bar{x}_{III} - \bar{y}_3 $	0.03		0.004		
$ \bar{x}_{III} - \bar{y}_4 $	0.05		0.010		
$ \bar{x}_{III} - \bar{y}_5 $	0.09		0.008		
0.3 σ	0.318		0.0594		
结论	$t_{0.975,24}=2.06$, 因各点的 t 值均 < $t_{0.975,24}$, 且均匀性平均值与稳定性平均值的绝对差值 < 0.3 σ , 说明样品是稳定的。		$t_{0.975,24}=2.06$, 因各点的 t 值均 < $t_{0.975,24}$, 且均匀性平均值与稳定性平均值的绝对差值 < 0.3 σ , 说明样品是稳定的。		

附录 D 参试指导书

CNCA-23-03 (2023) 食品中全氟化合物的测定能力验证 参试指导书

欢迎参加中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织的食品中全氟化合物的测定能力验证计划（CNCA-23-03(2023)）。

为了保证此次能力验证的顺利实施，请在测试前仔细阅读以下说明。

1. 样品基质：鱼肉冻干粉。测试项目：全氟辛酸（PFOA）、全氟辛烷磺酸（PFOS）。请根据贵实验室的报名情况检测相应的项目。每个实验室发送 3 份样品，3 份样品均需检测并反馈结果。测试项目和样品标识如下：

CNCA-23-03 (2023) 食品中全氟化合物的测定 样品编号：23-Xxxx
--

其中“23”代表年度，字母“X”代表组别，“xxx”代表 3 位随机数字，每个样品的标识均具有唯一性。

2. 样品采用铝箔袋真空包装，每份样品约为 20 g；样品常温运输，到达实验室后，建议 -15℃ 以下冷冻储存。短期常温运输（3~7 天）对样品无影响，请放心检测；若运输时间超过 7 天（按快递收发时间计算），请立即与我中心联系并申请更换样品。

3. 收到样品当日，请立即登录能力验证平台 www.acas.com.cn 进行样品确认。如样品出现异常情况（包装破损、样品泄漏、样品密封不严等）请及时电话告知联系人。**如不及时进行样品确认，将无法提交结果。**

4. 样品开封后请立即进行测定，避免样品变质影响检测结果。

5. 检测方法：请优先采用各实验室的常用方法，并在结果反馈时详细注明方法名称和编号（包括非标方法或实验室内部方法）。推荐使用方法 GB 5009.253-2016《食品安全国家标准 动物源性食品中全氟辛烷磺酸（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）的测定》、SN/T 3544-2013《出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》。

6. 样品复原：称取的鱼肉冻干粉样品建议以 5 倍蒸馏水复原。直接取复原后的样品进行前处理及测试。

举例：开启真空包装袋后，称取 1.0 g 鱼肉冻干粉样品，需加入总计 5.0 g 的蒸馏水搅拌 15 min 混匀。混匀后的样品为糜状，即为复原样品。称取的 1.0 g 冻干粉样品经过复原后等同于 6.0 g 的鱼肉糜样品。

7. 结果汇报：**结果汇报以复原前的鱼肉冻干粉计**，单位为 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，结果保留三位有效数字。

8. 收到样品起 **10 个工作日内**，请登录能力验证平台 www.acas.com.cn 提交检测结果，正式检测报告（盖章）和相关原始记录请通过附件形式上传（大小不超过 10M），无需反馈纸质内容。**结果提交后将无法更改，请务必仔细核对后再提交。**

9. 本次能力验证样品均匀性、稳定性评价的检测工作为分包，分包方为获得相关资质的检测实验室。

联系方式:

中国检验检疫科学研究院 测试评价中心

联系人: 雷思佳 余丽波

地 址: 北京市亦庄经济技术开发区荣华南路 11 号 100176

电 话: **400-800-1061**

邮 箱: service@acas.com.cn

能力验证平台: **www.acas.com.cn**

附录 E 结果提交

填写内容	实验室填写部分
样品编号	
样品平行结果 1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
样品平行结果 2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
样品平均结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
检测方法名称及其所依据的标准	
检测仪器	
检测仪器厂家及型号	
标准物质证书编号/提供者	
标准曲线浓度范围	
定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
回收率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	

附录 F 报名邀请

关于邀请参加市场监管总局 2023 年国家级能力验证计划“食品中全氟化合物的测定”的通知

各有关检验检测机构：

按照《市场监管总局办公厅关于开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2023〕27 号，以下简称《通知》）要求，中国检验检疫科学研究院测试评价中心与谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司联合承担“食品中全氟化合物的测定”（项目编号：CNCA-23-03）能力验证项目，由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责项目的具体实施工作。现将有关事项通知如下：

一、检测项目及方法

（一）检测项目

全氟辛烷磺酸 (PFOS)、全氟辛酸 (PFOA)。

（二）检测样品

鱼肉（具体基质以《参试指导书》为准）。

（三）检测方法

实验室应优先采用日常采用的检测方法，组织者推荐使用《GB 5009.253-2016 食品安全国家标准 动物源性食品中全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)的测定》、

《SN/T 3544-2013 出口食品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸盐的测定 液相色谱-质谱/质谱法》及其他等效方法。

二、参加机构

（一）必须参加的机构

按《通知》规定，具备食品中全氟化合物项目（参数）检测能力的国家级资质认定检验检测机构必须参加本次能力验证项目。

（二）自愿参加的机构

省级市场监管部门颁发资质认定证书的检验检测机构和其他具备全氟化合物检测能力的检验检测机构可以自愿参加本次能力验证。鼓励社会组织、企业实验室及其它检验检测机构参加。

三、报名方式

样品将于2023年7月发放。为保证此次能力验证计划的顺利进行，请有关检验检测机构于2023年6月30日前，通过中国

检验检疫科学研究院测试评价中心能力验证平台

(www.acas.com.cn) 注册并报名 (项目编码: CNCA-23-03, 计划名称: 2023 年国家级能力验证计划-食品中全氟化合物的测定)。

四、费用缴纳

(一)《通知》中规定必须参加此次能力验证的实验室不需缴纳参加费用。

(二) 自愿报名参加此次能力验证的实验室, 需向项目承担单位支付能力验证费用 900 元。请于 2023 年 7 月 7 日前汇款至指定账户, 汇款时备注“CNCA-23-03+汇款识别码”。

(三) 汇款账户信息

户名: 中国检验检疫科学研究院

开户行: 交通银行股份有限公司北京自贸试验区支行

账号: 110060436018010001624

行号: 301100000154

税号: 12100000717812313J

五、注意事项

(一) 出于对参加者身份保密原则, 报名后每个参加实验室将被赋予一个唯一性代码, 在项目实施过程中, 凡说明参加者检测结果和能力评价时均以代码表示。后续的

样品寄送物流跟踪、样品确认、结果提交、结果通知单/证书物流、技术报告下载等步骤均在中国检验检疫科学研究院测试评价中心能力验证平台（www.acas.com.cn）进行。

（二）报名后，需进入“我的购物车”确认订单，收货地址填写完整并点击“提交订单”，提交订单后将发票信息、电话、邮箱补充完整并提交。发票开具进度及邮寄物流信息可在“我的财务”中查看。

（三）具备食品中全氟化合物项目（参数）检测能力的国家级资质认定检验检测机构，必须以国家级资质认定证书中实验室名称进行报名。

（四）能力验证结果不满意的参加者，应及时进行整改。如果技术能力不满足资质认定要求，应自行暂停相关检验检测活动，直至技术水平得到有效验证后方可恢复检验检测活动。

（五）对未按照《通知》要求参加国家级能力验证的检验检测机构，市场监管总局（国家认监委）将根据《检验检测机构资质认定管理办法》第四十二条的规定进行处理。

（六）各单位在参加能力验证过程中如遇到问题，请及时与实施单位或市场监管总局认可检测司检验检测能力验证处联系。

六、联系方式

网站平台及财务咨询：400-800-1061

联系邮箱：service@acas.com.cn

项目联络人：雷思佳 010-53897840

项目负责人：陈冬东 010-53897820

中国检验检疫科学研究院测试评价中心

2023年4月23日

附录 G 能力验证结果通知单

编号: CNCA-23-03-xxx

能力验证计划结果通知单

计划编号及名称: CNCA-23-03 食品中全氟化合物的测定

实验室名称:

实验室代码: CNCA-23-03-xxx

检测结果及评价

检测项目	样品		贵实验室结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	贵实验室检测方法	指定值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	z 值
	编号	组别				

注: $|z| < 3.0$ 为合格结果; $|z| \geq 3.0$ 为不合格结果。

※更多信息请登录中国检科院测试评价中心能力验证平台 www.acas.com.cn 查看。

.....
拟稿人:

审核人:

签发人:

签发日期: