**测试数据1**

针对本项目的标准物质联合定值，各参加实验室统一参考与采用研制单位提供的《对虾肉粉中氟苯尼考残留分析标准物质定值作业指导书》（见附件1-2）进行标准物质的定值研究。6家实验室的定值数据结果见表1-11。

**表1-11 对虾肉粉中氟苯尼考残留分析标准物质合作定值结果（µg/kg）**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **编号** | **实验室1** | **实验室2** | **实验室3** | **实验室4** | **实验室5** | **实验室6** |
| 1-1 | 10.89 | 12.31 | 12.89 | 11.96 | 12.53 | 11.65 |
| 1-2 | 10.78 | 12.10 | 12.28 | 11.22 | 12.47 | 11.11 |
| 1-3 | 10.98 | 11.79 | 12.61 | 11.58 | 12.30 | 12.14 |
| 2-1 | 11.03 | 11.85 | 12.37 | 11.38 | 12.26 | 11.62 |
| 2-2 | 10.93 | 12.12 | 11.85 | 11.17 | 11.74 | 11.05 |
| 2-3 | 11.26 | 12.04 | 12.13 | 12.10 | 12.18 | 10.95 |
| 3-1 | 10.54 | 12.04 | 12.70 | 12.17 | 12.48 | 11.19 |
| 3-2 | 11.04 | 11.95 | 12.62 | 11.56 | 12.38 | 11.52 |
| 3-3 | 11.00 | 12.80 | 12.86 | 11.24 | 11.89 | 11.99 |
| 平均值 | 10.94 | 12.11 | 12.48 | 11.60 | 12.25 | 11.47 |
| 标准偏差 | 0.20 | 0.30 | 0.35 | 0.39 | 0.27 | 0.42 |
| 总平均值 | 11.81 | | | | | |
| 总标准偏差 | 0.57 | | | | | |

根据JJF1343-2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》，对联合定值测量数据进行评估。首先，采用夏皮罗-威尔克正态检验法，对各个实验室原始独立测量数据进行正态性检验。

式中分子下标的*K*值，当测量次数*n*是偶数时为1~*n*/2；当测量次数是奇数时则为1~（*n*-1）/2；系数*aK*是与*n*及*K*有关的特定值。该统计量W的判据是，当W>W（*n*，*p*），则接受测定数据为正态分布。

结果如表1-12所示。

**表1-12 定值结果夏皮罗-威尔克正态检验结果**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | **W值** | **W（9,95%）** | **检验结果** |
| **实验室1** | 1.554 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室2** | 3.025 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室3** | 1.607 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室4** | 1.475 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室5** | 2.133 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室6** | 2.041 | 0.829 | 正态分布 |

结果显示各组W＞W（9,95%），表明各组测量结果服从正态分布。其次，对各组数据开展异常值检验。采用Dixon对各实验室定值数据进行统计检验。分别将各组测量结果按照由小到大的顺序排列：

当 ，

结果如表1-13所示。

**表1-13 定值结果Dixon异常值检验结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | ***r*1** | ***rn*** | ***f*（0.05,9）** | **检验结果** |
| **实验室1** | 0.4912 | 0.4542 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室2** | 0.1220 | 0.5104 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室3** | 0.2772 | 0.0395 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室4** | 0.5013 | 0.0628 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室5** | 0.0521 | 0.0660 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室6** | 0.0962 | 0.1376 | 0.5640 | 无异常值 |

Dixon检验可知，各个实验室测定结果的***r*1**和***rn***＜*f*（0.05,9），表明各组测量结果均通过检验，均无异常值，测量结果保留。

第三，等精度检验。采用科克伦（Cochran）法判断这6组数据的标准偏差进行检验，判断是否等精度。根据科克伦准则，计算如下：

查表得，，因此，6组数据等精度。

第四，经检验6家实验室数据等精度，对各组平均值采用Dixon检验，判断是否存在异常值。结果如下：

当 ，

又因为 ，由狄克逊检验表查

由Dixon检验可知，各个实验室测定结果平均值的***r*1**和***rn***＜*f*（0.05,6），表明各组测量结果平均值通过检验，无异常值，结果保留。

**综上所示，对虾肉粉中氟苯尼考残留分析标准物质特性量值定值结果为6家定值实验室的总平均值11.8µg/kg，即为标准值。**

**测试数据2**

针对本项目的标准物质联合定值，各参加实验室统一参考与采用研制单位提供的《鸡蛋粉中氟苯尼考残留分析标准物质定值作业指导书》（见附件2-2）进行标准物质的定值研究。8家实验室的定值数据结果见表2-10。

**表2-10 鸡蛋粉中氟苯尼考残留分析标准物质多家合作定值结果（µg/kg）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **编号** | **实验室1** | **实验室2** | **实验室3** | **实验室4** | **实验室5** | **实验室6** | **实验室7** | **实验室8** |
| 1-1 | 53.33 | 55.51 | 50.06 | 55.27 | 52.80 | 51.91 | 57.67 | 50.95 |
| 1-2 | 52.09 | 53.09 | 49.44 | 54.97 | 50.61 | 50.72 | 54.74 | 52.61 |
| 1-3 | 51.76 | 54.92 | 46.63 | 52.82 | 49.76 | 51.98 | 58.32 | 55.20 |
| 2-1 | 52.58 | 58.50 | 46.77 | 55.24 | 53.87 | 50.10 | 56.12 | 51.80 |
| 2-2 | 54.48 | 57.51 | 51.56 | 53.88 | 51.96 | 51.03 | 56.63 | 53.97 |
| 2-3 | 54.09 | 59.10 | 49.92 | 54.14 | 53.99 | 50.19 | 55.66 | 53.13 |
| 3-1 | 52.37 | 57.65 | 53.63 | 52.72 | 52.79 | 51.20 | 56.66 | 53.40 |
| 3-2 | 51.48 | 54.53 | 46.49 | 52.03 | 54.11 | 50.65 | 54.70 | 54.22 |
| 3-3 | 48.53 | 53.15 | 49.57 | 52.43 | 54.40 | 50.87 | 54.01 | 53.83 |
| 平均值 | 52.30 | 56.00 | 49.34 | 53.72 | 52.70 | 50.96 | 56.06 | 53.23 |
| 标准偏差 | 1.74 | 2.27 | 2.41 | 1.27 | 1.64 | 0.66 | 1.43 | 1.30 |
| 总平均值 | 53.04 | | | | | | | |
| 总标准偏差 | 2.30 | | | | | | | |

根据JJF1343-2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》，对联合定值测量数据进行评估。首先，采用夏皮罗-威尔克正态检验法，对各个实验室原始独立测量数据进行正态性检验。

式中分子下标的*K*值，当测量次数*n*是偶数时为1~*n*/2；当测量次数是奇数时则为1~（*n*-1）/2；系数*aK*是与*n*及*K*有关的特定值。该统计量W的判据是，当W>W（*n*，*p*），则接受测定数据为正态分布。

结果如表2-11所示。

**表2-11 定值结果夏皮罗-威尔克正态检验结果**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | **W值** | **W（9,95%）** | **检验结果** |
| **实验室1** | 1.454 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室2** | 1.897 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室3** | 1.912 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室4** | 1.805 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室5** | 1.407 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室6** | 2.179 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室7** | 1.993 | 0.829 | 正态分布 |
| **实验室8** | 1.709 | 0.829 | 正态分布 |

结果显示各组W＞W（9,95%），表明各组测量结果服从正态分布。其次，对各组数据开展异常值检验。采用Dixon对各实验室定值数据进行统计检验。分别将各组测量结果按照由小到大的顺序排列：

当 ，

结果如表2-12所示。

**表2-12 定值结果Dixon异常值检验结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | ***r*1** | ***rn*** | ***f*（0.05,9）** | **检验结果** |
| **实验室1** | 0.5313 | 0.1301 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室2** | 0.0111 | 0.1009 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室3** | 0.0276 | 0.2958 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室4** | 0.1234 | 0.0081 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室5** | 0.1949 | 0.0754 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室6** | 0.0462 | 0.0357 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室7** | 0.1890 | 0.1793 | 0.5640 | 无异常值 |
| **实验室8** | 0.2599 | 0.2882 | 0.5640 | 无异常值 |

Dixon检验可知，各个实验室测定结果的***r*1**和***rn***＜*f*（0.05,9），表明各组测量结果均通过检验，均无异常值，测量结果保留。

第三，等精度检验。采用科克伦（Cochran）法判断这8组数据的标准偏差进行检验，判断是否等精度。根据科克伦准则，计算如下：

查表得，，因此，8组数据等精度。

第四，经检验8家实验室数据等精度，对各组平均值采用Dixon检验，判断是否存在异常值。结果如下：

当 ，

又因为 ，由狄克逊检验表查

由Dixon检验可知，各个实验室测定结果平均值的***r*1**和***rn***＜*f*（0.05,8），表明各组测量结果平均值通过检验，无异常值，结果保留。

**综上所示，鸡蛋粉中氟苯尼考残留分析标准物质特性量值定值结果为8家定值实验室的总平均值53.0 µg/kg，即为标准值。**