

FAO/WHO 食品标准联合计划
食品法典委员会

食品法典

分析和抽样方法



联合国粮食及农业组织
世界卫生组织



FAO/WHO 食品标准计划

食品法典委员会

食品法典

分析和抽样方法

译者：贺纯佩

校者：贺纯佩



联合国粮食及农业组织
世界卫生组织



本法典由联合国粮农组织和世界卫生组织共同制订，原名为 CODEX
ALIMENTARIUS: METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING。

ISBN 92-5-505319-1

JOB NO. Y6277

中国农业科学院农业信息研究所
根据同联合国粮农组织协议翻译出版

目 录

食品法典

第一部分：分析方法

法典标准

辐照食品的分析方法一般法典（法典标准 231-2001，2003 年第 1 次修订）

General Codex Methods of Analysis for the Detection of Irradiated Foods
(CODEX STAN 231-2001, Rev.1-2003) (1)

法典指导原则

控制进出口食品检测实验室能力评估指南（法典指导原则 27-1997）

Guidelines for the Assessment of the Competence of Testing Laboratories Involved
in the Import and Export Control of Food (CODEX GUIDELINE 27-1997) (3)

分析测量中使用恢复信息的和谐 IUPAC 指南（法典指导原则 37-2001）

Harmonized IUPAC Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical
Measurement (CODEX GUIDELINE 37-2001) (5)

检测不确定性指南（法典指导原则 54-2004）

Guidelines on Measurement Uncertainty (CODEX GUIDELINE 54-2004) (7)

第二部分：抽样方法

法典指导原则

抽样总体指南草案（法典指导原则 50-2004）

General Guidelines on Sampling (CODEX GUIDELINE 50-2004) (9)

辐照食品检测的方法一般法典

CODEX STAN 231-2001, Rev. 1-2003

条款	商品	方法	原则	类型
检测含脂辐照食品	含脂食品	EN1784: 1996	气相色谱分析碳氢化合物	类型 II
检测含脂辐照食品	含脂食品	EN1785: 1996	气相色谱/分光光度分析 2/烷基环丁酮	类型 III
检测带骨辐照食品	带骨食品	EN1786: 1996	电子自旋共振光谱检查	类型 II
检测含纤维素辐照食品	含纤维素食品	EN1787: 2000	电子自旋共振光谱检查	类型 II
检测含硅酸盐矿物辐照食品	含硅酸盐矿物食品	EN1788: 2001	热致发光	类型 II
检测辐照食品	含硅酸盐矿物食品	EN13751: 2002	光刺激发光	类型 III
检测含结晶糖辐照食品	含结晶糖食品	EN13708: 2001	电子自旋共振光谱检查	类型 II
检测辐照食品	草药、物种和肉馅原料	EN13783: 2001 NMKL 137 (2002)	直接表面荧光过滤技术/好氧平板测数 (DEPT/APC) (筛选法)	类型 III
检测辐照食品	含 DNA 食品	EN13784: 2001	DNA 彗星分析 (筛选法)	类型 III

控制进出口食品检测实验室能力评估指南

CAC/GL 27-1997¹

适用范围：

1. 这些指南提供了能够保障控制进出口食品检测实验室能力的质量保证措施的实施框架。
2. 这些指南旨在帮助各国在食品贸易中保护消费者并提供公平贸易环境。

要求：

3. 以下质量标准应该被涉及进出口食品控制的实验室采用：
 - 符合“ISO/IEC 指南 25：1990 年校准和检测实验室能力的总体要求”所规定的检测实验室的总体标准；
 - 参加符合“国际（化学）分析实验室精通检测和谐议定书（Pure & Appl. Chem. 65(1993)2132-2144）”规定要求的适宜的食品分析精通检测计划；
 - 在适宜的时候，使用经食品法典委员会规定原则证明的分析方法；以及
 - 使用内部质量控制程序，例如“分析化学实验室内部质量控制和谐指南”（Pure & Appl. Chem. 67 (1995) 469-666）所描述的方法。
4. 参考以上要求评估这些实验室的机构应该符合实验室鉴定的总体标准，例如：“校准和检测实验室鉴定系统 --- 操作和认证总体要求”（ISO/IEC 指南 58：1993）所规定的标准。

¹控制进出口食品检测实验室能力评估指南法典在 1997 年第 22 届会议上被食品法典采用。该法典已经发给了 FAO 和 WHO 的所有成员国和准会员国作为咨询文本，征求各国政府决定它们希望将怎么使用该指南。

分析测量中使用恢复信息的和谐 IUPAC 指南

CAC/GL 37-2001

在和谐“国际纯化学和应用化学联盟 (IUPAC¹)”分析测量中, 使用恢复信息指南在参考了法典的目的的情况下实施, 但建议 1² 的头 2 个句话除外。

为了法典的目的, “国际纯化学和应用化学联盟 (IUPAC)” 指南的建议 1 应该理解如下:

最为重要的是所有数据, 在报告时, 应该 (a) 清楚地鉴别是否应用了恢复校正, (b) 如果应用了恢复校正, 所获得的校正量和校正方法应该包括在报告中。这将促进数据集的直接可比性。应该在适宜的统计考虑、文献记载、档案记载和让用户获得信息的基础上建立校正函数。

参考文献:

Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement (Pure Appl. Chem., Vol. 71, pp.337-348, 1999)

¹ 国际纯化学和应用化学联盟

² “数量分析结果应该根据恢复信息进行校正, 有特殊原因而不进行校正的除外。不进行估算或使用矫正因子的原因包括: (a) 分析方法被认为是经验性情况; (b) 合同性质或法定性质的限制已经建立起使用未经矫正的数据; 或 (c) 已知恢复数据接近单数。但是, ……”

检测不确定性指南

(CAC/GL 54-2004)

导言

“ISO/IEC 17025: 1999”要求的事情是重要的，分析师觉察到与每个分析结果相关的不确定性，并对这种不确定性进行了估计。测量的不确定性可能起源于许多不同的方法。为了法典的目的，食品分析实验室需要进行控制¹，在可能时，尽量使用合作性测试或经过验证的方法，并且在常规使用这些方法之前验证它们的应用。因此，这样的实验室拥有各种分析数据，可以用来估算它们的测量不确定性。

这些指南只应用于量性分析方法。

大多数量性分析结果均采纳“ $a \pm 2u$ 或者 $a \pm U$ ”的形式，式中“ a ”是被测对象（分析结果）浓度真值的最佳估计值，“ u ”为标准不确定性，“ U ”（等于 $2u$ ）是扩展的不确定性。“ $a \pm 2u$ ”的范围代表 95%的置信度水平，即可以发现真值的地方。“ U ”或“ $2u$ ”的值是分析师通常使用和报告值，因此，以下被称为“测量不确定性”并可以使用许多不同方法进行估计。

技术名词

“测量不确定性”的国际定义是：

“与测量结果相关的参数，其特点是能够合情合理地代表被测对象的数值的分布”²

注释：

1. 该参数可以是，例如：一个标准误差（或一个其指定的复合值），或一个已知置信度水平

¹ 正如 Codex GL 27-1997 “控制进出口食品检测实验室能力评估指南”所规定的那样。

² 在 ISO 1993，第 2 版技术名词中的一个基础性和一般性国际词汇表。

区间的半宽度。

2. “测量不确定性”一般由许多组分组成。这些组分的一部分可以通过一系列测量结果的统计学分布进行评估，可以通过试验标准误差进行定性。可以通过标准误差进行定性的其他组分可以根据经验或其他以信息为基础的假设概率分布进行评估。
3. 根据理解，测量结果是一个被测对象值的最佳估计值，因此不确定性的所有组分，包括从系统效果而产生的不确定性组分，例如与校正和参考标准有关的组分，它们形成了数据的分布。

建议

1. 需要估计与所有分析结果相关的测量不确定性。
2. 一个分析结果的测量不确定性可以通过许多方法进行估计，例如特别是 ISO (1) 和 EURACHEM (2) 所描述的方法。基于组分的探索，方法验证数据，内部质量控制数据和精通试验数据，这些文件推荐了许多方法。如果有其他形式的数据并用来估计不确定性，就没有必要使用 ISO 逐个组分探索 (component-by-component approach) 来估计测量不确定性。在许多情况下，总体不确定性可以通过许多实验室之间的 (合作) 研究和 IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) 或根据 ISO5725 协议 (4) 所规定的各种矩阵表来确定。
3. 测量不确定性及其置信度水平必须根据需要向用户 (顾客) 提供其结果。

参考文献

1. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO, Geneva, 1993.
2. EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty In Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2000. 可以从 <http://www.eurachem.ul.pt/> 网站免费下载。
3. “Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 331-343.
4. “Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725, Previous editions were issued in 1981 and 1986.

抽样总体指南

CAC/GL 50-2004

目 录

序言	(13)
第一节 法典指南有关抽样的目标	(15)
1.1 目标	(15)
1.2 指南的目标受众	(15)
1.3 指南推荐的抽样计划用户	(16)
1.4 指南的范围	(16)
1.5 指南与 ISO 一般标准之间的关系	(17)
第二节 抽样的主要概念	(18)
2.1 引言	(18)
2.1.1 本节概述	(18)
2.1.2 概况	(19)
2.2 常用术语和概念	(20)
2.2.1 产品批次	(20)
2.2.2 产品交付	(20)
2.2.3 样本（代表性样本）	(20)
2.2.4 抽样	(21)
2.2.5 总估计误差	(21)
2.2.6 抽样误差	(21)
2.2.7 单个货物的项目或增量	(21)
2.2.8 抽样计划	(21)
2.2.9 特性	(22)
2.2.10 均质性	(22)
2.2.11 缺陷（不合格）和临界不合格	(22)
2.2.12 抽样特性曲线	(23)
2.2.13 生产者的风险和消费者的风险	(23)
2.2.14 可接受质量水平（AQL）和限制质量（LQ）水平	(24)
2.2.15 主管当局	(25)

2.2.16 检测水平和转换规则	(25)
2.2.17 可接受数量	(26)
2.2.18 产品批次大小和样本大小	(26)
2.3 抽样程序	(27)
2.3.1 概况	(27)
2.3.2 抽样官员的雇佣	(27)
2.3.3 抽样的材料	(27)
2.3.4 代表性抽样	(27)
2.3.5 样本的制备	(28)
2.3.6 实验室样本的包装和运输	(29)
2.3.7 抽样报告	(29)
2.4 估计误差	(29)
2.5 单个抽样计划的类型	(30)
2.5.1 检测不合格项目百分比的单个抽样计划	(30)
2.5.2 零接受数量抽样计划	(39)
2.5.3 检测临界不合格抽样计划	(39)
2.6 抽样的成本	(40)
第三节 面向国际贸易的单个或孤立抽样批次的抽样计划选择	(41)
3.1 属性检测的抽样程序：用于孤立批次检测的限制质量 (LQ) 排序的抽样计划	(41)
3.1.1 程序 A：生产者和消费者认为的孤立样本批次	(42)
3.1.2 程序 B：生产者认为的批次作为连续系列的一个批次：消费者认为的孤立批次	(42)
3.2 用于微生物评估的“两类法属性计划”和“两类法属性计划”（参阅参考文献 6.1）	(43)
3.2.1 “两类法属性计划”	(43)
3.2.2 “三类法属性计划”	(44)
3.3.3 “两类法属性计划”和“三类法属性计划”的应用	(46)
3.3 用于平均值控制的单个抽样计划（未知标准误差）	(47)
第四节 单一来源的产品批次连续系列的抽样计划选择	(48)
4.1 本节概述	(48)
4.2 推荐的用于检测属性缺陷百分比的单个抽样计划（摘自 ISO 2859-1: 1989）	(51)
4.2.1 概况	(51)
4.2.2 推荐的属性抽样计划	(52)
4.3 用于检测不合格百分比变量的单个抽样计划	(58)
4.3.1 概况	(58)

4.3.2 推荐的变量抽样计划: s 方法	(59)
表 14: 拥有未知标准误差的变量抽样计划	(60)
4.3.3 推荐的变量抽样计划: σ 方法	(66)
表 17: 拥有已知标准误差的变量抽样计划	(67)
4.3.4 转换检测水平的规则和程序	(72)
4.4 用于平均值控制的单个抽样计划	(73)
4.4.1 未知标准误差	(73)
4.4.2 已知标准误差	(75)
 第五节 用于检测大宗材料的变量抽样计划选择: 已知标准误差	 (76)
5.1 概况	(76)
5.2 检测单个抽样批次的标准化抽样程序	(76)
 第六节 参考文献	 (78)

抽样总体指南草案

序言

原理

食品标准法典旨在保护消费者的健康和保证食品贸易的公平实施。

抽样方法法典的设计是为了保障食品在符合特别的商品标准法典检测中使用公平有效的抽样程序。这些抽样方法的使用目的是作为一项国际方法，根据可实施的标准法典的相关规定避免或消除在抽样的歧异立法、行政管理和技术探索中所产生的困难，避免或消除在与食品批次或交付有关的分析结果的歧异解释。

通过通力合作，本指南促使了法典商品委员会、政府和其他用户实现这些目标。

选择抽样计划法典的基本建议

当前的条款代表了使用这些指南的先决条件，目的是促使选择法典的抽样计划，同时遵守这种选择的系统探索。

以下列举了法典商品委员会、各国政府和其他用户在设置技术规定¹时应该解决的适宜抽样计划选择的基本要点。

1) 有(或没有)有关被考虑产品的抽样的国际参考文件

2) 控制的性质

- 实用于产品批次的每一个单个项目的特点
- 实用于整个产品批次(统计学探索)的特点

3) 控制特点的性质

- 定性特点(以通过/未通过或以类似为基础的测量特点，例如一种致病菌微生物出现)
- 定量特点(在一个连续规模上测量到的特点，例如一个组分的特点)

4) 质量水平选择(AQL或LQ)

- 根据法典程序手册规定的原则和风险类型：临界/非临界不合格率。

5) 产品批次的性质

- 大宗或预包装商品
- 有关控制特点的样本大小，均质性和分布

¹ 也参阅法典食品程序手册的“建立或选择法典抽样程序原则：选择抽样方法的一般操作规程”。