

食品化学

实验室质量控制国际指南

*International Guidelines of
Quality Control in the Process of Food Chemical Detecting*

主编译 焦 红
主 审 庞国芳



科学出版社

食品化学 实验室质量控制国际指南

International Guidelines of
Quality Control in the Process of Food Chemical Detecting

主编译 焦 红
主 审 庞国芳

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

本书综合编译了国际理论与应用化学联合会(IUPAC)、国际食品法典委员会(CAC)、欧盟委员会(UN)等国际组织 15 篇现行有效的食品化学实验室质量控制规范,包括实验室内部质量控制指南、分析化学实验室能力验证、方法的实验室间验证和单一实验室验证、回收率报告、测量不确定度指南等内容。为了同实验室衔接,还编译了国际食品进口监控体系及风险评估基础、抽样通用指南以及针对取样方法和步骤产生的不确定度等食品监管方面的质量控制内容。

本书对于指导国内食品检验机构完善实验室质量控制措施,确保检验结果的准确并参与国际仲裁,整体提升国内检测水平具有重要意义。

图书在版编目(CIP)数据

食品化学实验室质量控制国际指南=International Guidelines of Quality Control in the Process of Food Chemical Detecting / 焦红主编译 —北京:科学出版社,2011

ISBN 978-7-03-028463-1

I. 食… II. 焦… III. 食品化学-化学实验-实验室-检测-质量控制-国际标准 IV. TS201.2-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 148541 号

责任编辑:周万颢 许贵强 李国红 / 责任校对:鲁素

责任印制:刘士平 / 封面设计:黄超

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

双童印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2011年1月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2011年1月第一次印刷 印张:21 1/4 插页:2

印数:1—2 000 字数:500 000

定价:78.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

食品化学实验室质量控制国际指南

编译者名单

主编译 焦 红

主 审 庞国芳

编审者 焦 红 翟翠萍 鲍晓霞* 陈文锐

编译者 (按姓氏拼音排序)

陈 捷	陈晓清***	程树军	高永清
胡燕苹	黄华军	焦 红	李 敏
李 荀	廖 周	林 峰	刘 超
刘江晖	任美玲***	邵仕萍	石 慧***
王建华**	王志强	奚星林	席 静
谢建军	易敏英	战 静***	张 旺

注：未标注作者工作单位为广东出入境检验检疫局。

* 标注作者工作单位为浙江出入境检验检疫局。

** 标注作者工作单位为山东出入境检验检疫局。

*** 标注作者学习单位为中山大学公共卫生学院。

序 一

食品的质量安全密切关乎人民生命健康,也直接影响我国的经济竞争力和国际威望。自加入世贸组织八年来,我国食品进出口贸易往来频繁,曾多次出现出口食品在国外被要求召回的不良事件,不仅给我国食品出口造成了巨额损失,也给食品检验质量控制、认证认可和标准化等相关重要工作带来了极大的挑战。2008年8月28日国务院有关产品质量与食品安全工作新闻发布会公布,一些检测机构执行的检验标准不同和检测数据不准确等相关质量控制问题是致使我国出口产品召回的主要原因。因此,努力做好食品检验质量控制工作,对有效减少我国出口产品召回,切实保障我国进出口食品安全,具有十分重要的意义。

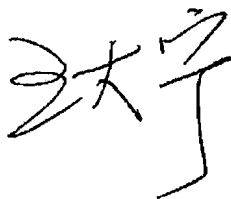
我任职国家质检总局进出口食品安全局局长期间,在全局同志齐心协力下,曾主持处理过多起进出口食品安全重大事件。这些工作中一个个技术难题的顺利解决,莫不都是基于质检系统各地实验室良好的技术支撑和质量保证能力,其中广东出入境检验检疫局食品实验室的特点尤为突出。该实验室的业务量素为质检系统最大,但其技术平台规划科学先进,质量体系运行井井有条,曾多次代表中国食品检测机构通过国外官方和中立机构技术专家的严格考评,相关研究成果前瞻创新,水平居于质检系统前列。在我国进出口食品化妆品质量安全多次技术交锋中,该实验室技术队伍在焦红研究员带领下“招之即来,来之能战,战之能胜”,故屡屡赢得国家质检总局相关业务司局的良好评价,在我国进出口食品安全相关技术保障和技术支持中发挥了积极的作用。

近年来,随着国际知名检测机构逐步进入中国检验市场以及国际食品检验相关技术交流活动的日益增多,现代食品检验及其质量控制理论和实践水平也在不断提高。目前,在CNAS实验室认可准则的规范下,尽管我国食品检验机构已做了大量工作,但食品检测质量控制水平与发达国家相比仍有一定的差距,急需相关参考资料的具体指导。

为此,焦红研究员和她的技术团队及时编译出版了《国际组织相关食品检验质控规范和指南》,这对于全面提高我国食品检测实验室的质量管理整体水平和检验技术能力,建立我国规范有效、与国际接轨的实验室质量控制体系,提高实验室检测结果的有效性和国际认可度有着重要的参考价值;对促进我国与国际进出口食品检测技术的一致化,解决国际食品贸易争端中的技术难点,促进我国农业、食品工业健康发展,扩大产品出口也一定会起到良好的理论和技术支持作用。

金秋十月是收获的季节,当她将这本译著呈献给大家时,我由衷感到无比欣慰!

国家认监委副主任



2009年10月

序 二

2007 年 11 月,欧陆坊(Lincolne Sutton & Wood)公共分析实验室皮特·布朗先生代表英国食品标准署,在中国广州召开的食品化学分析和相关质量保证技术国际研讨会上发表了演讲。演讲的题目为“国际食品规范委员会的质量保证要求:实验室的含义”。

这次演讲的参考文件现已由会议组织者译为中文,对国际分析协会有着重要意义。

分析测试数据的使用者(消费者和测试委托人)以及数据的提供者都认为,要确保分析测试数据的质量具备“满足符合分析目的”的需要,这一点现正在逐渐地法律化。这本专著综合了一个食品实验室满足这些要求所必须考虑的程序,是目前国际范围内已经发布了的协议和准则,特别是已经被国际食品法典委员会所采纳的内容。

国际食品法典委员会通过的进出口食品实验室正式资质要求在文件(第一篇)中有规定。这个准则参考了 1993 年 IUPAC 协调能力验证协议(第二篇)和 IUPAC 国际内部质量控制指导准则(第三篇)。特别要引起注意的是,这些确认分析方法要求符合国际标准,要遵照 IUPAC 指导准则(第四篇),通过方法性能的全面验证。IUPAC 1993 年发布的能力验证协议经过实践做了重新修订并于 2006 年正式发布(第五篇)。这些都被国际食品法典委员会所采用。

然而,Codex 认为不是所有的方法都要通过实验室间的验证(第六篇),因此又采纳了 IUPAC 的单一实验室验证协议(第七篇)。

在食品分析协会内部对是否应该在回收率基础上报告测试结果还有争论。食品法典委员会在 2001 年指导准则(第八篇),以及分析测量中采用回收率报告的 IUPAC 协议(第九篇)中做了规定,除非有更重要的理由,否则分析家报告测试结果时,必须基于回收率的数据。

使用者特别关注的一个问题是,有关这些分析数据的测量不确定性。为了帮助阐明这个问题,国际食品法典委员会已经采纳了测量不确定度指导准则(第十篇),起草颁布了国际食品法典委员会在测量不确定度方面的指南(第十一篇),明确规定分析测试实验室要始终估计其不确定度。这些指导和准则具有重要意义。

研究制定有关法律规定的动物食品中兽药残留的工作机构正在采用一种方法验证和操作程序的替代方法,如欧盟立法(第十二篇)中所描述的内容。但是这种方法目前还没有被采纳。

之前,国际食品法典委员会内部对采纳何种有关解决分析方法纠纷的程序有很多争论,多数都是同意使用有关测量不确定度来度量分析结果的变异程度。目前被讨论的程序在 CCMAS 会议文件(第十三篇)中做了概述,但是这份文件在最终被采纳前还要修改。

在食品安全监管与检验机构里,对应该使用哪种抽样程序有很多争论。国际食品

法典委员会的抽样指导准则(第十四篇)中,采用一贯公认的抽样方法,并做了详细指导,但是用起来很复杂。所以我们都期待能否在测量不确定度方面重新定义测量方法的全部过程。例如,对测量不确定性的估计应该包括抽样的不确定度和分析的不确定度。这两方面的不确定度相对容易确定,这种估计方法的操作程序已经在 EURA-CHEM/CITAC 联合指南(第十五篇)中发布。

本书收集的这些文件非常重要,因为它们强调了国际上在食品实验室采用的确保分析数据符合目的要求的程序研究上取得的进展。

确保食品化学分析数据的准确性是每个分析工作者的职责。

祝贺这本专著在中国出版!

Mr. P. A. Brown

英国法定公共分析员

英国公共分析员协会科学事务委员会秘书

Norfolk, Lincolnshire 与 Suffolk 郡议会公共分析员

Suffolk 海港健康主管部门的公共分析员

Dr. R. Wood

英国食品标准局科学数据质量科主任

AOAC, ICUMSA, CEN 机构联席会议主席

2009 年 10 月

Foreword II

In November 2007 Peter Brown of the Eurofins (Lincolne Sutton & Wood) Public Analyst Laboratory gave a presentation at the International Symposium on Food Chemistry Analysis and Related Quality Assurance Techniques in Guangzhou, China on behalf of Dr. Roger Wood of the UK Food Standards Agency. The presentation was entitled 'The Quality Assurance Requirements of the Codex Alimentarius Commission: Implications for Laboratories' and included reference to a number of international Guidelines and Protocols etc. These documents have now been translated into Chinese by the Symposium Organisers. Their significance to the international analytical community is outlined below.

Users of analytical data need to be assured of the quality of their data and whether they are appropriate, i. e. whether they meet 'fit-for-purpose' requirements. Thus the requirement for data to be of the necessary quality is now recognised by all users and providers (that is customers and contractors) and this requirement is increasingly being prescribed by legislation. This monograph surveys the procedures that a laboratory must consider in order to meet such requirements, making particular reference to published Protocols and Guidelines, particularly where they have been adopted by the Codex Alimentarius Commission.

The formal quality requirements for laboratories, as adopted by the Codex Alimentarius Commission, are stipulated in document (Chapter 1). These Guidelines make reference to the 1993 IUPAC Harmonised Proficiency Testing Protocol (Chapter 2), the IUPAC Internal Quality Control Guidelines (Chapter 3) and require that methods of analysis be validated to international standards, most notably that they are fully validated through method performance studies (collaborative studies) conforming to the IUPAC Guidelines (Chapter 4). The 1993 Proficiency Testing Guidelines have now been revised in the light of experience and were re-published in 2006 (Chapter 5). These have also now been adopted by Codex.

However, Codex recognised that not all methods are fully validated through inter-laboratory study (Chapter 6) and so has also adopted the IUPAC Single-Laboratory Validation Protocol (Chapter 7).

There has been much debate in the Food Analytical Community as to whether results should be reported on a recovered or un-recovered basis. The Codex Alimentarius Commission has adopted in its 2001 Guidelines (Chapter 8) the IUPAC Protocol on the use of recovery information in analytical measurement (Chapter 9). Analysts are directed towards reporting results on a recovered basis unless there are over-riding reasons for not doing so.

An issue of particular concern to the users of analytical data is the measurement uncertainty associated with such data. In order to help clarify the issue the Codex Alimentarius Commission

has adopted Guidelines on Measurement Uncertainty (Chapter 10). Information on the significance of these Guidelines is currently being drafted (Chapter 11). But the need for laboratories to always estimate their uncertainties is clearly defined by the Guidelines.

An alternative approach to method validation and performance is undertaken by the residues of veterinary medicines sector, as described by the European Union legislation (Chapter 12). This approach has not yet been directly adopted by Codex.

There has been much discussion in Codex on the procedures to be adopted to settle disputes over analytical methods. Much of these involve the use of measurement uncertainty as a measure of the variability of analytical results. The procedures currently being discussed are outlined in a CCMAS Conference Room Document (Chapter 13) though that will change before final adoption.

In the food sector there has been much debate over the sampling procedures that should be used. Codex has adopted in its Sampling Guidelines (Chapter 14) traditional acceptance sampling plans, and gives much detail in these Guidelines. They are complex to use. However, looking forward, there is a discussion as to whether the whole approach should be redefined in measurement uncertainty terms such that measurement uncertainty estimations include both sampling and analytical uncertainties. The uncertainty from both sources is relatively easy to identify and procedures for doing this have recently been published in a joint Eurachem/Citac Guide (Chapter 15).

The documents reproduced in this monograph are important in that they demonstrate the progress that has been made towards helping and in some cases requiring, laboratories to introduce procedures to ensure that their data are fit-for-purpose.

It is the responsibility for every analyst to ensure the accuracy of food chemical analysis data.

Lastly we appreciate the publication of this monograph in China.

Mr. P. A. Brown
Statutory Public Analyst UK
Secretary of the UK Association of Public Analysts Scientific Affairs Committee
Public Analyst for the Counties of Norfolk, Lincolnshire and Suffolk
Suffolk Coastal Port Health Authority

Dr. R. Wood
Head of Scientific Data Quality Branch
Food Standards Agency (UK)
Also, Chairman of the Meeting of International Organisations
Working in the Field of Methods of Analysis and Sampling (the Inter-Agency Meeting)

October, 2009

前 言

在迅速发展的食品化学分析领域,由于基质的复杂、检测限浓度降低以及方法的不适用,发生检验结果异常事件是不可避免的。即便是有经验的分析员在食品中检出某物质超标,或者漏检了某物质时,都需要给以专业分析,单以刚性的法律规则来处理专业技术问题是不合适的。

近年来,我国食品安全检测逐步达到与发达国家技术接轨,建立了多项国家标准检测方法。进出口食品、卫生、农业、环境监测等部门还建立了多种行业标准检验方法予以补充。分析测试结果的准确性、可靠性获得国家检测与校准能力互认,多项检测结果获得国际互认。

为了我国食品安全分析测试水平与国际接轨,整体提高中国食品安全检验国际化仲裁水平,2007年11月广东出入境检验检疫局国家食品安全检验重点实验室(广东)与香港政府化验所和辽宁出入境检验检疫局,首次在国内成功举办了“食品化学实验室检验质量控制技术国际研讨会(广州)”。来自英国食品标准局、英国公共分析员协会、澳大利亚国家测量研究所、香港政府化验所和国家计量院以及国内食品检验机构等18位专家就化学检验计量溯源、检测质量控制、标准物质研制、组织能力验证、国际间能力比对、统计学方法以及最新检测技术做了专题报告和交流。

会后,英国公共分析协会主席 Alan Richard 在英国官方网站撰文,他认为:中国的食品实验室仪器设备齐全,检测质控手段先进完善,某些西方人士对中国的食品安全现状是存在误解的。他对中国的食品安全很有信心。

2008年新年伊始,英国公共分析员协会科学事务委员会秘书 Peter A. Brown 先生给译者发来国际食品安全法典委员会(CAC)、国际理论和应用分析化学联合会(IUPAC)、官方分析化学员协会(AOAC)以及欧盟委员会(EC)等关于食品检验实验室有关质量控制方面15篇现行的法规规范,也就是本书的原文和参考资料。编译组成员利用紧张繁忙的工作间隙和休息时间,编译了这本专著,以奉献给国内食品检测同行。由于时间和实际翻译水平上的问题,一定还存在着诸多缺陷,希望读者及时反馈,以便我们再版时修正。

本书的第1~5篇的编审是焦红研究员,第6~11篇的编审是翟翠萍研究员,第12~14篇的编审是鲍晓霞研究员,第15篇的编审是陈文锐研究员。

感谢 Peter A. Brown 和 Dr. Roger Wood 先生对中国食品检验的支持!

感谢认监委王大宁副主任的支持和厚爱！

感谢庞国芳院士的支持和指导！

感谢香港政府化验所黄耀松博士的指导！

感谢广东检验检疫局化矿金实验室郑建国主任的指导！

感谢译著组全体成员的辛勤努力！

正因为有这么多支持,才使得这本专著得以出版,再次表示诚挚的谢意！

译者
2010年9月

目 录

第一篇 进口食品监控体系指南	(1)
附录 1 进口食品检验风险评估规范和指南	(9)
附录 2 进出口食品检测实验室资格评估指导意见	(12)
第二篇 国际化学分析实验室能力验证协议书	(13)
附录 1 组织能力验证计划的建议性目录	(24)
附录 2 测试样品充分均匀性的建议程序	(24)
附录 3 一轮测试实验结果的整合	(25)
附录 4 长期评估值的计算	(26)
附录 5 能力验证计划中替代值的计算步骤	(27)
附录 6 确定和使用指定值与目标值的举例	(27)
第三篇 分析化学实验室内部质量控制指南	(31)
附录 Shewhart 控制图	(43)
第四篇 方法性能研究的设计、实施和解释协议	(45)
附录 1 符号	(51)
附录 2 定义	(51)
附录 3 临界值	(52)
附录 4 异常值剔除流程	(55)
第五篇 分析化学实验室能力验证国际统一协议	(57)
附录 1 测试样品均匀性的推荐程序	(82)
附录 2 稳定性测试的操作实例	(85)
附录 3 参与者的公议值作为指定值的实例	(86)
附录 4 评估长期 Z 值、得分汇总和控制图法	(89)
附录 5 从能力验证计划到结果报告的全程方法确认	(91)
附录 6 参与者对能力验证结果的正常反应	(92)
附录 7 能力验证数据终端用户指南	(96)
第六篇 国际食品法典委员会关于授权食品采纳《单一实验室分析方法确认一致性指南》	(101)
第七篇 单一实验室分析方法确认一致性指南	(103)
附录 1 关于方法性能特性研究要求的注解	(111)
附录 2 确认研究中不确定度评估的附加考虑	(118)
第八篇 国际食品法典委员会关于授权食品采纳《分析测量中回收率信息应用一致性指南》	(121)
第九篇 分析测量中回收率信息应用一致性指南	(123)
附录 回收率报告中的不确定度	(132)
第十篇 国际食品法典委员会关于授权食品采纳《关于测量不确定度指南》	(135)
第十一篇 关于测量不确定度指南	(137)

第十二篇 贯彻执行 96/23/EC 关于分析方法和结果解释的决议 (159)

 附录 分析方法的执行标准、其他规则和程序 (163)

第十三篇 国际食品法典委员会关于在分析方法和取样中对分析(测试)结果有
 争议时的 CRD-19(草案)指南 (187)

第十四篇 国际食品法典委员会抽样通用指南 (193)

第十五篇 由抽样引起的测量不确定度:关于方法和步骤的指南 (249)

 附录 1 示例 (279)

 附录 2 术语 (311)

 附录 3 实用统计程序 (316)

 附录 4 经验法评估不确定度的备选实验设计 (319)

 附录 5 通过抽样理论的预测来调整抽样不确定度 (320)

Content

CHAPTER 1	GUIDELINES FOR FOOD IMPORT CONTROL SYSTEMS CAC/GL 47-2003, REV. 1-2006	(1)
CHAPTER 2	IUPAC/ISO/AOAC:INTERNATIONAL HARMONIZED PROTOCOL FOR THE PROFICIENCY TESTING OF (CHEMICAL) ANALYTICAL LABORATORIES (TECHNICAL REPORT) 1993	(13)
CHAPTER 3	IUPAC HARMONIZED GUIDELINES FOR INTERNAL QUALITY CONTROL IN ANALYTICAL CHEMISTRY LABROATORIES (IUPAC TECHNICAL REPORT 1995)	(31)
CHAPTER 4	IUPAC PROTOCOL FOR THE DESIGN,CONDUCT AND INTERPRETATION OF METHOD PREFORMANCE STUDIES (IUPAC TECHNICAL REPORT:1995)	(45)
CHAPTER 5	IUPAC INTERNATIONAL HARMONIZED PROTOCOL FOR THE PROFICIENCY TESTING OF ANALYTICAL CHEMISTRY LABORATORIES (IUPAC TECHNICAL REPORT:2006)	(57)
CHAPTER 6	CODEX ALIMENTARIUS COMMISION; HARMONIZED IUPAC GUIDELINES FOR THE SINGLE-LABORATORY VALIDAT ION OF METHODS OF ANALYSIS (CODEX GUIDELINES 49:2003) ...	(101)
CHAPTER 7	IUPAC HARMONIZED GUIDELINES FOR SINGLE-LABORATORY VALIDATION OF METHODS OF ANALYSIS (IUPAC TECHNICAL REPORT:2002)	(103)
CHAPTER 8	CODEX ALIMENTARIUS COMMISION; ADOPTION OF THE IUPAC GUIDELINES FOR THE USE OF RECOVERY INFORMATION IN ANALYTICAL MEASUREMENT (CODEX GUIDELINES 37:2001)	(121)
CHAPTER 9	IUPAC HARMONIZED GUIDELINES FOR THE USE OF RECOVERY INFORMATION IN ANALYTICAL MEASUREMENT (IUPAC TECHNICAL REPORT:1999)	(123)
CHAPTER 10	CODEX ALIMENTARIUS COMMISION; ADOPTION OF CODEX GUIDELINES ON MEASUREMENT UNCERTAINTY (CODEX GUIDELINES 54:2004)	(135)
CHAPTER 11	MA2802BE; JOINT FAO/WHO FOOD STANDARDS PROGRAMME CODEX COMMITTEE ON METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING; GUIDANCE ON MEASUREMENT UNCERTAINTY (PREPARED BY THE UNITED KINGDOM)	(137)
CHAPTER 12	COMMISSION DECISION OF 12 AUGUST 2002 IMPLEMENTING COUNCIL DIRECTIVE 96/23/EC CONCERNING THE PERFORMANCE OF ANALYTICAL METHODS AND THE INTERPRETATION	

	OF RESULTS	(159)
CHAPTER 13	CODEX COMMITTEE ON METHODS OF ANALYSIS AND SAM- PLING CRD19 - DRAFT GUIDELINES FOR SETTLING DISPUTES OVER ANALYTICAL (TEST) RESULTS	(163)
CHAPTER 14	CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION: ADOPTION OF GEN-ERAL GUIDELINES ON SAMPLING (CODEX GUIDELINES 50:2004)	(193)
CHAPTER 15	EURACHEM/CITAC GUIDE: MEASUREMENT UNCERTAINTY ARISING FROM SAMPLING; A GUIDE TO METHODS AND APPROACHES	(249)

第一篇

进口食品监控体系指南

GUIDELINES FOR FOOD IMPORT CONTROL SYSTEMS

CAC/GL 47-2003, REV.1-2006

进口食品监控体系指南

目 录

第一章	范围.....	3
第二章	定义.....	3
第三章	进口食品监控体系一般特征.....	3
第四章	监控体系的执行.....	5
第五章	进一步的信息.....	9
附录 1	进口食品检验风险评估规范和指南	9
附录 2	进出口食品检测实验室资格评估指导意见	12