

第40届分析和采样方法法典委员会会议进展

(丁颖 国家食品安全风险评估中心)

第40届分析和采样方法法典委员会(Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling, CCMAS)于2019年5月27~31日在匈牙利布达佩斯召开,匈牙利食物链安全办公室(National Food Chain Safety Office, NFCSO)主任 Attila Nagy 博士主持,食品安全分析师 Andrea Zentai 博士担任副主席。来自49个成员国,1个成员国组织(欧盟)和12个观察员组织参加了此次会议。中国派出农业农村部、国家粮食和物资储备局、国家食品安全风险评估中心、香港食环署、中国农科院、浙江省农科院、南京海关的11名专家组成中国代表团参加了本次会议。

一、会议总体情况

本次会议主要讨论了《法典推荐分析和采样方法》(CSX 234—1999)前言部分的修订、法典采纳分析和采样方法的指南文件、乳制品方法工作包、测量的不确定度准则的应用、《法典抽样通则》(CXG 50—2004)的修订,以及在现有检测方法中如何从第三法中选择第二法的工作原则,并决定开展油脂方法工作报告、谷物和蔬菜方法工作包、对CSX 234—1999和CXG 50—2004的继续修订,着手与法典其他委员会沟通如何确认分析方法和实施标准,或将法典其他专业委员会制定的分析方法纳入CXG 234—1999中。

二、重要议题进展

(一)来自国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)大会及其下设机构的事项(议题2)

国际食品卫生法典委员会(Codex Committee on Food Hygiene, CCFH)通知CCMAS,将在考虑鱼产品中的组胺问题时研究抽样方案,协助修订《法典抽样通则》(CXG 50—2004)。与会代表指出,在考虑该问题时,CCFH应在保护消费者、可行性和可操作性中寻求平衡点,这是一个风险管理决策问题,不应在CCMAS中考虑。关于食品完整性和真实性的问题,一名参会代表提及食品真实性网络,并同意和感兴趣的代表分享更多相关信息。

(二)国际食品法典标准中分析方法和采样方案的采纳(议题3)

CCMAS研究了会议增补文件2(CRD2)中建议采纳的分析方法,同意实体工作组的意见,建议CAC42采纳以下分析方法和采样方案。

(1)营养和特殊膳食产品

婴幼儿配方食品中美国分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists, AOAC)2011.14/国际标准化组织(International Organization for Standardization, ISO)15151和国际乳品联合会(International Dairy Federation, IDF)229中钙、铜、铁、镁、锰、磷、钾、硫、锌的电感耦合等离子体-质谱(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)的检测方法和AOAC 2015.09/ISO 21446中维生素K的高效液相色谱-荧光检测(high performance liquid chromatography-fluorescence detector, HPLC-FLD)法,以及叶酸的液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)法,这些新采纳的方法大多为第二法或第三法。

(2)油脂产品

初榨棕榈油和毛棕榈仁油中的酸度和游离脂肪酸的分析方法,采纳了ISO、美国油脂化学家学会(American Oil Chemists' Society, AOCS)和AOAC制定的滴定法,均为第一法。

(3)乳与乳制品

混合甜味浓缩脱脂牛奶和植物脂肪(仅限于蔗糖增甜的产品)中非脂乳固体、非脂乳固体中的乳蛋白,以及干酪(含有超过5%的乳糖或含有非乳制品成分样品)中干物质里的乳脂,干酪(含有乳糖达到5%的样品)中的乳脂,蒸发奶中的乳固体,发酵乳-酸奶和酸奶产品中保加利亚杆菌和嗜热链球菌的定性和定量测试,食用酪蛋白产品和黄油中的铅,奶油、发酵奶油和搅打奶油中的非脂乳固体,食用酪蛋白中的铜,发酵乳中的乳脂,乳脂产品中铜的分析方法,其中有10种第一法、2种第二法、1种第三法、10种第四法。

CCMAS 没有采纳香料和厨用香草法典委员会 (Committee on Spices and Culinary Herbs, CCSCH) 关于干大蒜或脱水大蒜、干牛至、干根、根茎和鳞茎——干燥或脱水生姜、干罗勒、干花部分——干丁香和藏红花的分析方法,要求 CCSCH 开展进一步工作,考虑①总灰分和酸不溶性灰分、挥发油(以及其他化学特性规定)等规定在标准中标明“干基”,在《分析和采样方法通用标准》的相应标准中记录,在灰化和挥发油测定之前确定水分的计算;②尽可能制定和利用一致的方法和术语;③澄清“外来物质”和“外来之物质”是否可以互换使用;④草案中哺乳动物排泄物的质量规格用 w/w (mg/kg) 确定,指的是 AOAC 993.27 的颗粒/ w (颗粒/10 g);⑤在标准中对分析方法的引用,包括格式和超链接,必须保持一致,确保正确引用方法。会议鼓励参会代表帮助 CCSCH 开展进一步工作,协调 Codex 和 ISO 关于香料和厨用香草产品分析方法,同时 CAC 秘书处将协助 CCSCH,在程序手册的指导下向 CCMAS 提交符合要求的分析方法文本。

关于乳制方法工作包,会议同意实体工作组的建议,并注意到部分乳和乳制品产品需要使用例如总固体含量、脂肪含量、蛋白质含量和干物质含量进行计算,添加这类的分析方法应作为编辑性改动,因为这些标准本身的适用性已经经过审查,在下一届会议中将对这些分析方法进行进一步审查和更新。针对采纳 ISO 5537 和 IDF 26 作为测定水分的方法,有观点认为该方法过于复杂,并且限于粉末的分析,有其他方法,包括验证数据可以使用。为此,CCMAS 同意进一步审查乳与乳制品适用的水分的所有分析方法。会议讨论还涉及在某些情况下将铅的测定方法作为第四法的适当性,因为部分方法不符合检测的目标。有建议认为应当将这些方法保留为第二法,在下一轮审查中继续对这些方法的检验,或者应国际食品污染物法典委员会 (Codex Committee on Contaminants in Foods, CCCF) 的要求制定分析方法的性能标准。反对观点认为将这些方法保留为第二法会给使用者错误的印象,认为这些方法已经进行了充分的验证,将这些方法改为第四法可以提醒分析师,这些方法是临时的,并在下一轮审查中再考虑。尽管 ISO 17678 和 IDF 202 不适用于所有乳制品中关于乳脂纯度的分析,IDF 补充这个方法仍然符合分析的目的,因此会议同意在未来审查这个方法,并将乳脂产品中的过氧化值、乳脂纯度及黄油和乳制品涂抹物的方法添加进来。会议同意并鼓励下一届会议在本届会议采纳的关于三聚氰胺的酶联免疫吸附测定 (enzyme-linked immuno sorbent assay, ELISA) 方法的基础上,讨论其他经过验证的方法和适当的性能数据。

关于谷物和蔬菜的方法工作报告,会议同意建议营养和特殊膳食食品法典委员会 (Codex Committee on Nutrition and Food for Special Dietary Uses, CCNFSU) 考虑关于无麸质食品的分析方法,并在《麸质不耐受人群的特殊膳食食品法典标准》(CXS 118—1979) 第五部分对 CXS 234—1999 进行通用引用。油脂方法工作包也将在今后的会议中进一步审查和考虑。

(三) 方法采纳指南 (议题 4)

美国作为电子工作组组长介绍了该指南制定的背景和进展。大会讨论了关于①等同方法的认定;②没有第二法但同时有多个第三法的情况;③法典标准中没有配套质量规格的分析方法;④第 3.2 iiiia 节中“CCMAS 代表的职责不包括研究分析方法并确定方法是否与目标匹配,因为这是方法制定组织的工作”的文字表述;⑤将第一法转为第四法;⑥在相关的法典委员会仍然活动的情况下将分析方法提交给 CCMAS 的情况;⑦采纳方法的指南和信息格式等电子工作组提出的突出问题。

关于等同方法的认定,会议关于现有的验证数据如何影响两种方法能否被认定为等同方法,以及使用验证数据的必要性、明确性仍没有达成一致意见,尽管如此,会议同意,有同等的验证数据是最好的,但这并不是判断两个方法是否为等同方法的必要条件。

由于法典程序手册指出第二法应该从第三法中选择,意味着一个分析方法不能直接成为第二法,仅可首先成为第三法,再被从第三法中选择成为第二法。会议认为,上述流程并不符合程序手册规定的初衷,在规定了方法分类定义和条件的情况下,CCMAS 已经直接采纳部分第二法。关于指南文件草案中“如果没有第二法,就不能存在第三法”的表述,部分代表提出,有些方法满足第三法的条件,但由于设备供应和自然环境因素等问题,不满足成为第二法的条件。会议决定仍将这个表述留在指南文件中,如果不能被选择为第二法,上述方法应该作为第四法,直至解决设备供应和自然环境因素等问题。此外,会议同意由瑞士起草讨论文件,研究从多个第三法中选择第二法的条件。

考虑到对贸易的影响,会议同意在 CXS 234—1999 中不将第一法转为第四法。但有观察员组织指出由于部分方法制定时间较为久远,很难提供验证数据。也有代表认为,在相关方同意的情况下,第四法仍可被用于解决贸易争端,同时有其他代表认为如将第一法转为第四法,由于缺乏验证数据,遇到争端时没有办法

选择分析方法。会议同意现阶段根据 CCMAS 39 的决定,在考虑方法工作包时,采用个案分析原则。

在解决了电子工作组提出的突出问题的基础上,会议同意将采纳指南文件发布为信息文件,供 CCMAS 内部工作使用,并在需要时对这个文件进行修订。

(四)《法典推荐分析和采样方法》(CXS 234—1999)前言部分和结构的修订(议题 5)

巴西作为电子工作组组长,代表协作组长乌拉圭介绍了电子工作组和实体工作组的讨论情况,并请会议研究实体工作组后的标准修订案。会议逐段讨论了修订案,在第一部分删除了商品列中有多种方法覆盖所有检测项时分行列出的情况,因为不再考虑互斥的方法。根据议题 4 的讨论结果,删除了方法描述(如等同方法)。为了避免误导,且考虑必要性不足,删除了第一部分到第三部分的解释性举例。参考其他委员会设计数据库的做法,会议同意由美国设计一个方法数据库的模型,以乳制品方法工作包为基础,供下一届会议讨论开发方法数据库的可行性。会议同意将 CXS 234—1999 的前言部分和结构的修订提交 CAC42 在第 5/8 步通过。

(五)《测量不确定度指南》(CXG 54—2004)的修订(议题 6)

德国作为电子工作组组长介绍了讨论情况和结果,并根据会间工作组的结论,进一步完善了修订稿。会议同意这项工作的内容包括①运用测量不确定度解释测量结果;②理解测量不确定度和(既定)采样方案的关系;③仅关注实验室样本,包括子样本;④尽量简化 CXG 54—2004。修订后的 CXG 54—2004 不包括符合性评估,未来可以指定另一份关于这个内容的文件,但这项工作不是 CCMAS 的重点。其他的改动包括:指南文本中的举例被移入信息文件,表格仍保留在指南文件中,并澄清图表中每种情况,说明原则上如何用测量不确定度解释测量结果。乘数因子表(修订版第四章)用 Excel 公式的形式展现。出于法典文件统一性的考虑,修订稿删除了信息来源和参考文献列表,但在必要时,文本中提到相关国际组织制定的文件。CCMAS41 还将继续讨论信息文件,其中包括估计测量不确定度的程序的举例等内容。会议同意将指南修订稿提交 CAC42 在第 5 步通过。

(六)《法典抽样通则》(CXG 50—2004)的修订(议题 7)

新西兰作为电子工作组组长介绍了这项工作的讨论情况和突出问题,并在边会中着重介绍了新开发的抽样方案应用。CCMAS 支持继续对 CXG 50—2004 进行修订,并指出该指南文件应该提供 CAC 下设机构、法典成员和其他相关方关于如何制定或选择合适的抽样方案的指导,不限于法典商品委员会或商品标准。会议同时同意继续编制采样方案 APP 的补充文件和电子书,以便使用者更好地理解如何使用这个应用。法典秘书处将会同新西兰商讨在法典网站上如何展现这个应用。会议在边会介绍的基础上讨论了①根据统计学理论,在多对一的情况下,如何在生产者风险和消费者风险中寻找平衡点;②法典抽样方案是否运用于国际贸易争端;③使用法典抽样方案包含和不包含的情况。在讨论的基础上,CCMAS 决定新西兰作为组长,美国作为协作组长,继续以电子工作组的方式讨论 CXG 50—2004 的修订和完善补充文件(电子书和抽样方案应用)。

(七)其他议题

美国药典委员会(United States Pharmacopeial Convention,USPC)作为机构间会议(Inter Agency Meeting,IAM)主席向会议报告了 IAM 的工作进展,获得了会议的充分肯定。IAM 提出的关于将 CCMAS 作为法典中所有分析方法的节点委员会的提议,会议也根据不同委员会的工作情况进行了分析,并提出 CCMAS 将知会所有法典其他委员会关于 CCMAS 现在正在开展的 CXS 234—1999 的修订和更新工作,并考虑开发分析和采样方法的数据库。CCMAS 将征求 CCFH、农药残留法典委员会(Codex Committee on Pesticide Residues,CCPR)和兽药残留法典委员会(Committee on Residues of Veterinary Drugs in Foods,CCRVDF)的意见,并要求共享这些委员会制定的分析方法和/或方法标准的信息和链接,进一步考虑纳入 CXS 234—1999 中,使 CXS 234—1999 成为法典唯一的分析方法标准来源。CCMAS 还将提醒 CCCF 和国际食品添加剂法典委员会(Codex Committee on Food Additives,CCFA)考虑将《国际食品法典标准 污染物通用分析方法》(CXS 228—2001)和《国际食品法典标准 食品添加剂通用分析方法》(CXS 239—2003)纳入 CXS 234—1999,或者制定更新的方法或方法性能标准,由 CCMAS 纳入 CXS 234—1999 中,同时废止 CXS 228—2001 和 CXS 239—2003。建议 CCFH 采取同样措施,将《国际食品法典标准 辐照食品通用检测方法》(CXS 231—2001)转化纳入 CXS 234—1999 中,但制定这些分析方法的职责仍在 CCFH 中。鼓励 CCCF 为《食品和饲料中污染物和毒素通用标准》(CXS 193—1995)已设定最大限量但目前缺失分析方法和方法性能标准的污染物,制定相应的分析方法和方法性能标准。