

# C O D E X   A L I M E N T A R I U S

国际食品标准



联合国粮食  
及农业组织



世界卫生组织

E-mail: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

---

## 测量不确定度准则

**CXG 54-2004**

2004 年通过。2021 年修正。

1. 在食品监管领域，分析测量结果可用于评估食品是否符合相关规范。测量结果准确性受到各类误差分量影响，必须确保妥善考虑此类误差。由于被测量的真实值不可知，故无法精确衡量误差。因此，重点应放在评估测量结果的不确定度。所有测量结果均有相关不确定度；不估算测量不确定度数值，并不意味不存在不确定度。为使测量结果具有可比性，必须评估测量不确定度。因此，在分析检测和后续决策中，测量不确定度十分重要。
2. 本准则提供的指导不涉及抽样因素对总不确定度造成的影响，也不涉及如何在批次检验的验收抽样计划规范中考虑测量不确定度。食品法典委员会已制定《进出口食品检测实验室能力评估准则》（CAC/GL 27-1997）。该准则建议，参与进出口食品监管的实验室应采用ISO/IEC 17025中规定的一般标准。该标准规定，为满足客户要求，或当不确定度影响到是否符合规格限制时，必须在检测报告中提供测量不确定度信息，因为这关系到检测结果的有效性或应用。

## 范围

3. 本准则涵盖了定量分析测量不确定度的通用内容，给出了测量不确定度的定义和相关术语，阐明了测量不确定度对于解释合格评定检测结果和制定批次检验抽样计划的影响。本准则不涉及抽样造成的不确定度分量，侧重于与从实验室样品中获取试样、从试样中抽取试料和在实验室中分析试料有关的不确定度（即试料异质性<sup>1</sup>造成的误差）。
4. 食品监管领域往往进行定量分析测量，但定性检测结果也很重要。虽然无需评估或估算定性结果的测量不确定度，但建议实验室确定此类检测结果的影响因素，并建立质量保证程序，控制相关影响。

## 前提条件

5. 实验室开展分析测量应建立有效质量保证程序（适当培训工作人员、设备维护、设备校准、参考材料和标准、文件编制、参加能力检测、质量控制图等），评估测量不确定度。此外，建议资深员工或外部顾问具备足够的统计知识，确保正确应用统计方法、数学公式和决策规则，并确保符合生产者 and 消费者风险标准（JCGM 106：和ISO 10576）。

## 术语和定义

6. 本准则适用下述文件的术语和定义：
  - CXG 72-2009（《分析术语指南》）
  - JCGM 200 国际计量学词汇—基本和一般概念及相关术语

---

<sup>1</sup> 试料异质性包括成分异质性和分布异质性。在选择试料时二者都会造成随机误差，即基本采样误差（又称基本变异性）和分组和分离误差。基本变异性由成分异质性造成，当“目标化合物”主要位于颗粒特定部分时（目标化合物浓度相对较高，但颗粒数量较少），对总变异性影响较大。收集足够数量的试料，能够控制基本变异性。分组和分离误差由于分布异质性产生，即“目标化合物”在选定试料的材料中非随机分布（空间或时间方面）。收集组成试料的足量随机增量，能够控制分组和分离误差。

- ISO 3534-1 统计学词汇及符号第1部分：一般统计术语与用于概率的术语
- ISO 3534-2 统计学词汇及符号第2部分：应用统计
- ISO 2859-1 属性检验抽样程序-第1部分：验收质量限（AQL）索引的逐批检验抽样方案
- ISO 3951-1 变量检验的抽样程序 - 第1部分：单个质量特性和单个AQL的逐批检验用验收质量限（AQL）索引的单个抽样计划规范
- ISO 6498 动物饲料 - 样品制备指南
- ISO 10725 散装材料检验的验收抽样计划和程序
- ISO/IEC 17025 检测和校准实验室能力的通用要求

7. 为便于参考，本文提供以下定义：

- 变量检验：通过测量物料某一特征量进行的检验。
- 物料：用于描述和考虑的单个物品。
- 实验室样品：（从批次中抽取）制备的样品，用于实验室检验或检测。
- 批次：批次是指在类似条件下制造或生产的一定数量的产品。
- 测量不确定度：与测量结果关联的参数，用于表征合理赋予被测量之值（即待测数量）的分散性。
- 样品：为获取有关批次信息，从一个批次中抽取的一件或多件物料。
- 采样计划：规定样品量，样品选择方法和批次可接受度标准。
- 样品量：样品中的物料数量。
- 试料：从试样（或实验室样品，如两者相同）中抽取的材料数量。
- 试样：从实验室样品中制备的子样品或样品，用于从中抽取试料。

### 一般考虑

8. 在进行测量时，通常假设被测量存在“真实值”。但这一真实值不可知，因此，仅作为参考值或约定真值使用。因此，无法准确估计测量误差，重点应放在如何评估测量不确定度。测量不确定度表示为一个区间，在此区间内合理赋予的测量值，具有一定的覆盖概率。测量结果不确定度反映出对被测量值缺乏精确了解。由于所有测量结果均存在误差，实验室应估算并视需报告各结果的测量不确定度。
9. 测量受到诸多因素影响，例如，与温度、压力、湿度、基质变化或与分析人员判断有关的影响。此类误差可分为系统误差和随机误差。术语“偏差”往往指系统误差。即便能评估和修正所有系统误差分量，测量结果仍会受到无法修正的随机误差影响，产生一定

范围的不确定度。随机误差实例包括，在实验室近乎相同的条件下，即重复性条件下进行测量时，观察到测量结果具有离散性。应简要量化测量不确定度的系统和随机分量。部分不确定度分量可根据一系列测量结果的统计分布进行评定，以标准偏差表示。其他分量可根据从经验或其他信息所得的分布假设进行评定，也可用标准偏差表示。不确定度的所有分量，包括由系统效应引起的分量，如与偏差修正和参考标准有关的分量，都会对离散性产生影响。

10. 必须指出，时间和财政资源不足以评估和修正所有测量误差。因此，重点在于识别和评估测量不确定度的主要分量。但最重要的是，识别和评估造成测量不确定度的系统分量，因为无法通过重复测量减少这些因素。尽可能采用经合作研究验证的检测方法。如果两种方法测量不确定度类似，应首选系统误差较小的方法。

### 不确定度分量

11. 在进行测量时，必须考虑所有可能的不确定度分量，这些因素会影响测量结果。典型的不确定度分量包括与仪器设备、分析人员、样品基质、方法、校准、时间和环境有关的影响。这些因素可能并存，在不确定度估算，即在计算总不确定度时应考虑到各因素相关性。此外，在某些情况下，某一特定不确定度分量产生的影响可能会随时间改变，因此，可能需要重新估算测量不确定度。关于该主题的更多信息，参见欧洲分析化学组织和国际分析化学溯源合作组织联合发布的指南《分析测量中不确定度的量化》第 7.3.1、7.13.2 和 7.13.3 节。

### 测量不确定度估算程序

12. 许多方法可用于估算测量结果不确定度，特别是 CGM 100《测量数据评估—测量不确定度表示指南》和欧洲分析化学组织和国际分析化学溯源合作组织联合指南 CG 4《分析测量中不确定度的量化》中所述的方法。食典准则并未推荐任何特定方法估算测量不确定度，但无论采用何种方法，都必须科学上可接受<sup>2</sup>。在这些具有科学依据的方法中，不能说某种方法优于其他方法，也就是说，这些方法不存在“等级”之分。选择适当方法取决于测量或分析类型、使用方法、所需精确度水平以及测量不确定度估算需求是否紧迫。一般而言，程序可基于“自下而上”法，也可基于“自上而下”方法，后者采用来自合作研究、能力研究、验证研究或实验室内质量控制样品方面的数据，或以上数据的组合。对于微生物检测，ISO 19036 中提出的程序采用了“自上而下”法。
13. 测量不确定度最常用评估方法：

- 建模（ISO GUM）
  - 根据 JCGM 100 或 JCGM 101（蒙特卡洛法）进行自下而上的逐个分量评估

---

<sup>2</sup> 此处“科学上可接受”这一表述，是指该方法先前已在国际标准或准则中提出，或经专家审查，认为该方法适当。

- 单一实验室验证
    - 自上而下法，例如根据Nordtest TR 537、NMKL程序5以及欧洲分析化学组织/国际分析化学溯源合作组织指南《分析测量中不确定度的量化》（在不同条件下，在单一实验室使用相同程序所获结果的不确定度）进行。
  - 实验室间验证
    - 利用重现性标准偏差的自上而下法（ISO 5725-2、ISO 5725-3和ISO 21748）（在不同实验室采用相同程序所获结果的不确定度）
  - 能力验证
    - 自上而下法利用标准偏差进行能力评估（在不同实验室分析相同样品所得结果的不确定度）。
14. 程序不同，可能产生不同的测量不确定度估值。在自上而下法中，从合作研究中获得的重现性标准差往往用于估算测量不确定度。在估算测量不确定度的过程中，应充分考虑基质失配不确定度分量。根据所用方法范围选定不同基质和浓度水平，有利于克服这一不足。在单一实验室验证研究情况下，中间精密度（实验室内重现性）用于估算不确定度，因而忽略了实验室偏差，可能导致不确定度被低估。根据不同情况可通过以下方式解决，例如，通过回收实验估算和修正偏差（适当考虑回收修正的不确定度），或通过改变影响因素，如分析仪器、分析人员、时间跨度、样品制备设备等模拟实验室偏差。认证参考材料也可用于估算偏差及其不确定度。
15. 除这些程序可能因影响因素不同而异外，由于标准差数值随机变化，也常导致重大变化（中间精密度（实验室内重现性）、重现性、重复性）。因此，应按要求提供选定的测量不确定度估算方法（内部验证、合作研究、自下而上等）和测量不确定度的估计置信区间。
16. 几乎所有不确定度数据都以标准偏差或标准偏差函数表示。如果用少量数据计算出标准偏差，所得的测量不确定度估值就存在很大不确定性。
17. 在设计实验研究和评估测量不确定度时，应考虑到测量不确定度分量的精确性。尤其是通过实验室进行的低量检测，或与进行低量检测的实验室进行合作研究得出的标准偏差估值。
18. 即使无法评估测量不确定度的某些分量，至少可以根据原则、经验和“最新”知识来估测，例如基于具有可比性的实验室条件、浓度水平、基质、分析方法或分析物的结果。
19. 为证明某实验室具备能力应用经验证方法，存在两种可能方法：
- a. 实验室使用经验证的内部检测方法，对主要测量不确定度分量以及计算相关数量的确切方式设定限制。

- b. 实验室使用已在合作研究中得到验证的方法，因此，已建立相关方法的性能特征，并证实能够按照正式标准化方法达到和/或超出实验室性能参数范围，并且所有关键影响因素均可控。
20. 食品检测中使用和食典文件中推荐的大多数方法均为经可靠验证的公认方法。只要按照上述两种方法中任何一种证明实验室有能力应用验证方法，就视为成功评估/估算测量不确定度，并已满足测量不确定度相关要求。
21. 根据CXG 27，参与食品进出口管控的实验室应遵守ISO/IEC17025的规定。ISO/IEC17025要求实验室使用经验证的方法（见第7.2节）；因此，可按照自上而下法，运用实验室间或单一实验室验证研究的数据，估算测量不确定度。在欧洲分析化学组织和国际分析化学溯源合作组织指南《分析测量中不确定度的量化》第7.6.2节中，介绍了利用合作研究数据评估测量不确定度的程序。欧洲分析化学组织和国际分析化学溯源合作组织指南《分析测量中不确定度的量化》中还提到，ISO 21748是在“根据ISO 5725获得的合作研究数据”基础上估算不确定度的主要依据”。

### 测量不确定度用途

22. 测量不确定度存在几种用途，包括但不限于：
- 报告测量结果（见 ISO/IEC 17025 第 7.8.3.1 c）节）：
 

通常，测量不确定度报告为扩展测量不确定度，即标准不确定度乘以覆盖系数，对于正态分布（高斯分布），覆盖概率约为95%。注：计算测量不确定度所用标准偏差的不确定度越高，测量不确定度的覆盖概率就越低。在此情况下，宜采用学生t分布相应系数提高覆盖系数。
  - 合格评定是指评估被测实验室样品（即单个物料）的真实值是否符合规范（见第 25 和 26 段）。决策规则的实例和解释参见 JCGM 106 第 8 节和 ISO 10576-1 第 6 节。下图 1 进行了说明。
  - 设计基于按变量检验的验收抽样计划。根据 ISO 标准和/或食典委准则中提出的程序和抽样计划，例如 ISO 3951-2 和 CXG 50-2004（《采样通用准则》），确定按变量检验计划的样品量和可接受性常数。若测量不确定度相对于过程标准偏差而言不可忽略，在计划设计中应考虑到测量不确定度的不同分量（例如，参见 ISO 3951-2 附件 P）。
  - 评估实验室绩效（见 ISO 13528 第 9.6 和 9.7 节）
  - 认证参考材料表征
  - 测量结果和真实/参考值之间的比较（ISO 5725-6）。

注 1：必须区分单个物料合格性和由若干（甚至极多）物料组成的批次的合格性。对于后者，

根据随机抽取的物料样品确定是否批量验收。通过图 1 所述方法（见下文），将属性计划检查与每件物料合格或不合格分类相结合，并不构成有效的批次检查程序（即使测量不确定度包括抽样分量），因为需要大量增加样品量，才能理想控制消费者和生产者风险。

注 2：在按变量检验计划的设计中，需要有关测量不确定度各分量的信息（如果测量不确定度相对于过程标准偏差来说不可忽略）。如果将测量不确定度作为单一数字报告，可能无法获得这些信息。

### 如何报告检测结果中的测量不确定度

23. 根据ISO/IEC 17025第7.8.3.1 c)节和7.8.6节规定，应报告测量不确定度，以便根据分析结果决定实验室样品是否符合规范。
24. 然而，ISO/IEC 17025并未明确规定应报告哪些信息。但显然包括是否修正方法偏差，以及测量不确定度报告数值内是否包括与偏差修正有关的不确定度。读者还可参考国际实验室认可合作组织ILAC-G17《检测领域测量不确定度的指南》和ILAC-G8《判定规则和符合性声明指南》，以及欧洲分析化学组织/国际分析化学溯源合作组织指南《不确定度信息在合规评估中的应用》。

### 考虑测量不确定度情况实例

25. 图1说明了测量不确定度如何影响就实验室样品（即单个物料）真实值是否符合规格限制作出决定。图1所述程序并非始终适用，仅为了说明基本原则。诸如图1中的测量不确定度区间无法作为有效合格评估程序使用。
26. 应根据有关各方同意适用的规则，做出实验室样品是否符合规范这一决定。

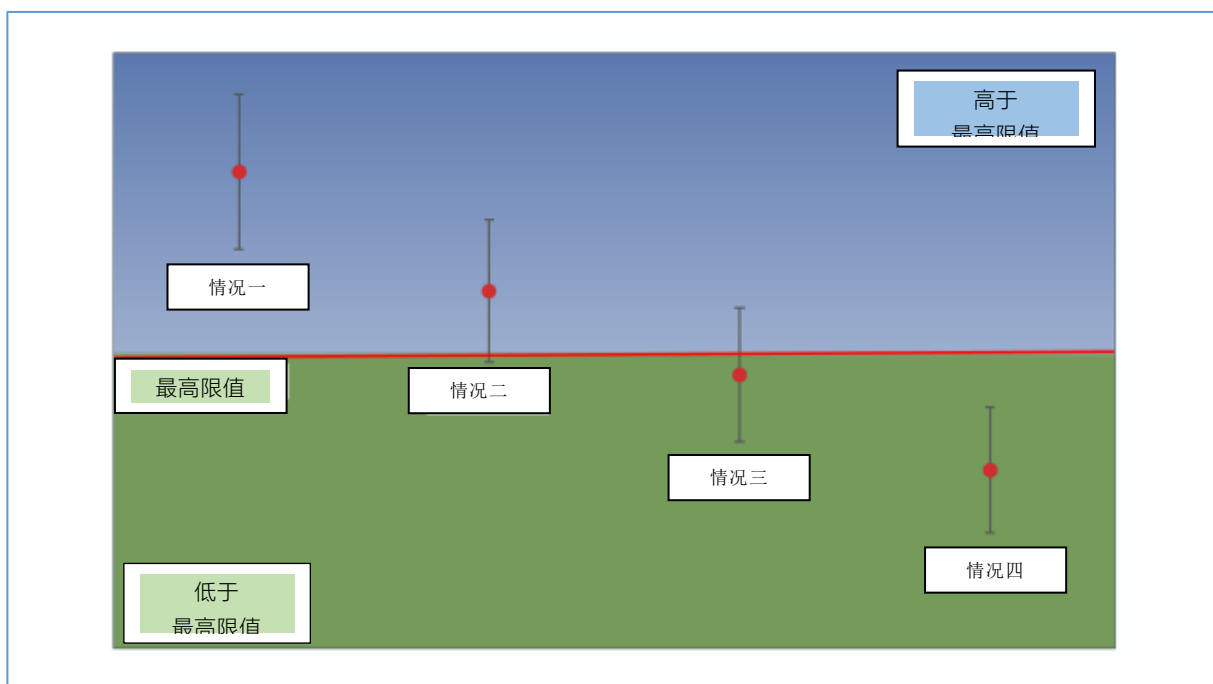


图1：该图显示在根据规范对单个物料进行合规评估时，如何考虑测量不确定度。这一程

序不适合用于批量检验。对于各种情况，红点代表单项检测结果，竖条代表扩大测量不确定度区间。

#### 情况一

分析结果减去扩展测量不确定度之差超出最高限值。结果表明，真实值超出规定值。

#### 情况二和情况三

分析结果与最高限值差值小于扩展测量不确定度。此处标准解释是，结果不确定。应根据贸易伙伴之间的现有协议就此结果采取行动。

#### 情况四

分析结果与最高限值差值大于扩展测量不确定度。结论是，真实值位于规定值内。

注：CXG 59-2006（《结果不确定度评估导则》）充分讨论了最大残留限量合规检测第一至三种情况。如果在第二和三种情况下，无法在没有合理怀疑的情况下（就所涉及的消费者和生产者风险而言）断定超出最大残留限量或最高含量，或该物料符合要求，则应根据国家惯例和贸易伙伴之间的现有协议做出决定，因此，可能对是否接受贸易货物产生重大影响。CXG 83-2013（《国际食品贸易中采样和检验方法使用原则》）第4节探讨了这一问题。原则5规定，“出口国与进口国应就评价某测量项目是否符合法律限度时如何考虑分析过程中的测量不确定度达成协议”。