

食品法典委员会

联合国粮食及
农业组织

世界卫生组织

Viale delle Terme di Caracalla, 00153, 意大利罗马-电话: (+39) 06 57051-电子邮件: codex@fao.org-www.codexalimentarius.org

议题 7

CX/ASIA 22/22/7

2022 年 7 月

联合国粮农组织/世卫组织联合食品标准计划
联合国粮农组织/世卫组织亚洲协调委员会

第二十二届会议

线上会议

2022 年 10 月 12、13、14、17、18 和 21 日

芽孢杆菌 (*Bacillus*) 发酵豆制品拟议区域标准草案

(步骤 4)

(由日本主持的电子工作组起草)

若食典成员和观察员希望在步骤 3 对本拟议草案 (附录 I) 提交意见, 应遵照食典网页 2022 年通函中的文件 CL 2022/**/OCS-ASIA 的指示进行

背景

1. 在粮农组织/世卫组织亚洲协调委员会第十九届会议 (2014年11月)¹上, 日本提交了一份讨论文件, 提议开展一项新的工作, 为日本传统的大豆发酵食品纳豆制定区域标准。会议要求日本对该讨论文件进行修改, 增加以下信息: 区域内的类似产品; 是否有可能通过修订现有标准, 将纳豆纳入其中; 制定标准的理由。
2. 在亚洲协调委第二十届会议 (2016年9月)²上, 日本提议将新工作提案的范围从单一商品“纳豆”扩大为“枯草芽孢杆菌 (*Bacillus subtilis*) 发酵豆制品”, 以扩大标准的覆盖范围。会议要求日本在亚洲协调委感兴趣成员的支持下进一步修订新工作的讨论文件和项目文件, 清楚地提供《确定工作重点的标准》中列出的信息, 例如对贸易构成的障碍、国家立法的多样化以及标准化的可行性。

¹ 文件 REP15/ASIA 第 118 段

² 文件 REP17/ASIA 第 111 段

3. 亚洲协调委第二十届会议之后，日本召集了一个非正式小组，组织感兴趣的成员讨论如何尽可能拓宽该标准的覆盖范围。在亚洲协调委第二十一届会议（2019年9月）³上，经考虑感兴趣成员提供的所有意见/信息之后，日本提议，为提高该区域标准的包容度，将新工作提案的覆盖范围扩大至各种芽孢杆菌发酵制成的豆制品，而不仅限于枯草芽孢杆菌。会议同意将该项目文件提交食品法典委员会第四十三届会议，由食典委批准为新工作，并成立一个由日本主持的以英文为工作语言的专家组，在新工作获得批准后，由该专家组编制拟议标准草案，在步骤3分发，征求意见，供亚洲协调委第二十二届会议审议。

4. 食典委第四十三届会议（2020年9月至11月）⁴批准了关于制定“芽孢杆菌发酵豆制品区域标准”的新工作提案。

职责范围

5. 亚洲协调委第二十一届会议同意成立一个由日本主持、以英文为工作语言的电子工作组，在新工作获得批准后，由该工作组编制拟议标准草案，在步骤3分发，征求意见，供亚洲协调委第二十二届会议审议。

参与和方法

6. 参加电子工作组的邀请已于2020年6月发给食典成员和观察员。有七个成员国和四个观察员国参加了该工作组。电子工作组主席向项目文件所涉产品的其他生产国重新发出了邀请，但未收到任何回复。参与国名单见附录II。此项工作在电子工作组线上平台上进行。

7. 因冠状病毒病(COVID-19)全球疫情，亚洲协调委第二十二届会议未能如期于2021年举行；但是，该电子工作组利用多出来的时间进行了三轮讨论，继续推进工作。第一稿于2020年12月发布，中国、韩国以及观察员国尼日利亚提交了意见。第二稿于2021年8月发布，韩国以及观察员国尼日利亚提交了意见。第三稿于2022年2月发布，韩国和泰国提交了意见。此外，日本和韩国还提供了与分析方法有关的数据，支持标准的制定。

讨论概要

8. 在三轮讨论中收到的意见，特别是关于具体产品的意见，在很大程度上得到了考虑并体现在草案中。还考虑了编辑性意见以及建议采用更清晰措辞的意见，其中许多意见已体现在草案中，使文件更加清晰易懂。以下各段对主要修改建议及理由进行了分析：

³ 文件 REP17/ASIA 第 97(ii)段

⁴ 文件 REP20/CAC 第 54 段及附录 V

1. 范围和 2.2.分类

9. 根据这项工作的项目文件，该标准适用的产品将包括纳豆、清麴酱、豆豉、*Kinema* 和 *Tua Nao Sa*。在第一轮讨论中，豆豉的主要生产国中国表示，大多数豆豉主要由真菌发酵，很少由细菌（芽孢杆菌）发酵。因此，豆豉被从2.2分类中删除。在第二轮讨论中，*Tua Nao Sa*的主要生产国泰国要求将“*Tua Nao Sa*”的名称改为“*Tua Nao*”，以涵盖所有类型的 *Thua Nao* 及其衍生产品。因此，该产品名称改为“*Tua Nao*”。

3. 基本成份和质量要素

10. 根据这项工作的项目文件，*Kinema* 也是该标准适用的产品之一。然而，在三轮讨论中，电子工作组未收到关于 *Kinema* 的任何信息。因此，工作组无法在“3. 基本成份和质量要素”中起草关于 *Kinema* 的任何具体条款。

3.1.1 基本成分

11. 亚洲协调委第二十一届会议注意到对使用“芽孢杆菌”一词的关切，因为某些芽孢杆菌可被视为致病菌。会议同意在制定标准时考虑这一关切。电子工作组同意在“3.1.1(c) 芽孢杆菌（天然或培养的微生物）”中写入“非致病性、不产生毒素”，因为《发酵豆酱区域标准》（CXS 298R-2009）中也有这句话。

7.3. 非零售容器的标识

12. 食典委第四十四届会议（2022年11月）通过了《非零售食品容器标识通用标准》（CXS 346-2021）。电子工作组在第三稿中增加了对该标准的引用。对此，各成员在第三轮讨论中没有发表意见。

8. 分析和抽样方法

13. 第二轮讨论期间，日本向电子工作组提供了纳豆分析方法的验证结果。各成员没有对验证结果发表意见。纳豆分析方法的验证结果载于附录I的附件I。对于清麴酱，韩国在第三轮讨论期间提供了分析方法的验证结果，但工作组成员没有足够的时间对其进行审查。清麴酱分析方法的验证结果载于附录I的附件II。

重量和计量及批次验收

14. 亚洲协调委第二十一届会议同意不在项目文件中写入“重量和计量”，但在起草标准时要考虑是否需要写入这一条款。在第二轮和第三轮讨论中，泰国提议在标准中写入“重量和计量”及“批次验收”。电子工作组主席在拟议标准草案中体现了这一建议，但承认不同产品的容器可能有很大差异，且在发酵和储存过程中重量有时会发生变化。电子工作组主席建议亚洲协调委第二十二届会议审议相关条款内容。

结论和建议

15. 鉴于所有提交上来的意见几乎都得到了处理，电子工作组主席认为，拟议标准草案已经可以提交亚洲协调委第二十二届会议，供步骤4审议。请亚洲协调委第二十二届会议审议拟议标准草案（附录I），以便通过食典步骤程序将这项工作向前推进。

芽孢杆菌（*Bacillus*）发酵豆制品拟议区域标准草案

1. 范围

本标准适用于第 2 节定义的供直接食用的产品，包括供餐饮业或必要时再包装或再加工的产品。本标准不适用于《发酵豆酱区域标准》（CXS 298R-2009）所涉产品。

2. 说明

2.1. 产品定义

经芽孢杆菌（单独或与其他微生物一起）发酵的大豆，通常保持大豆的形状，而非糊状，但一些大豆在制造过程中可能会进行碾压。最终产品可能具有粘性，可能呈现出各种不同形态。

2.2. 分类

2.2.1. 纳豆

大豆（包括经过碾压的大豆，以下统称为大豆）在水或稀盐水中浸泡后蒸煮，然后加入纳豆芽孢杆菌进行发酵。发酵后不得添加任何物质。

粘性

纳豆应当具有粘性，拾起其中一粒，必须产生肉眼可见的丝状物。

2.2.2. 清麴酱

将经水浸泡的大豆煮熟、蒸熟或焙熟，然后加入天然或培养的微生物（即芽孢杆菌，包括枯草芽孢杆菌）发酵数日。可添加第 3.1.2.2 节中列出的可选配料。在符合本标准所有要求的前提下，该产品的粉状、糊状和球形颗粒状产品也应得到允许。

粘性

拾起清麴酱时，可能会看到各种粘性（丝状）物质。

2.2.3. Kinema

将大豆蒸熟后轻轻碾压，裹在香蕉叶等宽大的叶子中发酵，不喷洒发酵剂。之后可能以日光晒干。此外，还可能含有如肠球菌（*Enterococcus*）、念珠菌（*Candida*）、地霉（*Geotrichum*）等其他微生物。

粘性

拾起 *Kinema* 时，可能会看到细细的丝状物。

2.2.4. *Thua Nao*

将大豆蒸熟或煮熟，以香蕉叶等宽大的叶子包裹。用芽孢杆菌（单独或与其他微生物一起）发酵。

粘性

可能产生细细的丝状物。

3. 基本成分和质量要素

3.1. 成分

3.1.1. 基本配料

- (a) 大豆
- (b) 饮用水
- (c) 非致病性、不产生毒素的芽孢杆菌（天然或培养的微生物）。

3.1.2. 可选配料

3.1.2.1. 纳豆

- (a) 谷物和/或面粉（小麦、大米、大麦等）
- (b) 盐
- (c) 海藻和/或海藻粉
- (d) 酌情添加其他配料

3.1.2.2. 清麴酱

- (a) 非致病性、不产生毒素的芽孢杆菌（天然或培养的微生物）。
- (b) 盐
- (c) 蒜
- (d) 红辣椒粉
- (e) 酌情添加其他配料

3.1.2.3. *Thua Nao*

- (a) (除芽孢杆菌以外的) 其他非致病性、不产生毒素的天然或培养微生物。
- (b) 盐
- (c) 酌情添加其他配料

3.2. 质量指标

相关经芽孢杆菌发酵的豆制品应具有该产品特有的风味、气味、颜色和质地。产品中无明显异物。

3.3. 成分要求

相关经芽孢杆菌发酵的豆制品应符合表 1 所列成分要求。

表 1 成分 (按湿重计)

产品名称	水分含量 (%， w/w)	蛋白质 (%， w/w)	脂质 (%， w/w)
纳豆	≥53.0	≥10.0	≥5.0
清麴酱	≤58.0 (粉状为≤15.0)	≥12.5	≥4.0
<i>Thua Nao</i>	≥53.0	≥10.0	—

3.4. “不合格品”分类

任何不符合第 3.2 节、3.3 节和[3.4 节]所规定相关质量要求的产品应视为“不合格品”。

3.5. 批次验收

[若按照第 3.4 节对“不合格品”的定义，一个批次中所含“不合格品”数不超过有关抽样方案的接收数 (c)，则该批次应视为达到了第 3.2 节所述相关质量要求。(待定)]

4. 食品添加剂

禁止使用。

5. 污染物

5.1. 本标准所涉产品应符合《食物及饲料中污染物和毒素通用标准》(CXS 193-1995) 中的最高限量规定。

5.2. 本标准所涉产品应符合食品法典委员会设定的农药最大残留限量。

6. 卫生

建议本标准规定所涉产品在制备和处理时遵守《食品卫生通用原则》(CXC 1-1969) 相关章节, 以及其他相关的法典文本, 例如《食典卫生规范》和《操作规范》。

相关产品应符合依据《食品微生物标准制定和应用原则与准则》(CXG 21-1997) 制定的微生物标准。

7. 重量和计量

7.1. 容器填充量

7.1.1. 净重

[在不影响质量的情况下, 容器应尽可能装满产品, 并与标明含量一致。]

7.1.2. “不合格品”分类

[不符合第 7.1.1 节要求的产品应视为“不合格品”。]

7.1.3. 批次验收

[若按照第 7.1.2 节对“不合格品”的定义, 一个批次中所含“不合格品”数不超过有关抽样方案的接收数 (c), 则该批次应视为达到了第 7.1.1 节的要求。]

8. 标识

8.1. 本标准规定所涉产品应按照《预包装食品标签通用标准》(CXS 1-1985) 加贴标签。

8.2. 产品名称

相关产品为经芽孢杆菌发酵的豆制品。应以第 2.2 节所述相应名称为产品命名。可根据零售国法律和习俗使用其他名称, 但不得误导消费者。

8.3. 非零售容器的标识

非零售容器的标识应符合《非零售食品容器标识通用标准》(CXS 346-2021)。

9. 分析和抽样方法⁵

为检验产品是否符合本标准，应采用《分析和抽样建议方法》(CXS 234-1999)中与本标准规定相关的分析和抽样方法。

9.1. 水分含量的测定

纳豆：依据 AOAC 925.09。(I类)

清麴酱：依据 AOAC 934.01。(I类)

Thua Nao：依据 AOAC 925.09。(I类)

9.2. 蛋白含量的测定

纳豆：依据 AOAC 988.05。(I类)

(氮因子 5.71)

清麴酱：依据 AOAC 988.05。(I类)

(氮因子 5.71)

Thua Nao：依据 AOAC 988.05。(I类)

(氮因子 5.71)

9.3. 脂质含量测定

纳豆：依据 AOAC 963.15。(I类)

(样本重量：4g)

清麴酱：依据 AOAC 963.15。(I类)

(样本重量：5g)

⁵ 标准获食典委通过并纳入 CXS 234-1999 后，检验方法将删除。

纳豆分析方法验证研究 (由日本提交)

背景

粮农组织/世卫组织亚洲协调委员会第二十一届会议同意开始《芽孢杆菌发酵豆制品区域标准》制定工作，该提案得到了食品法典委员会第四十三届会议的批准。

在拟议草案中，经芽孢杆菌发酵的豆制品可按第 2.2 节所述进行分类，每种产品的质量指标均在第 3 节中作了规定。分类方面，对水分、蛋白质和脂肪作了规定，并分别以 AOAC 925.09、AOAC 988.05 和 AOAC 963.15 作为分析方法。

此三种方法已获批作为 I 类方法用于某些豆制品：AOAC 925.09 用于大豆蛋白制品、丹贝（tempe，一种经芽孢杆菌属的不同种微生物发酵而成的豆制品）和非发酵豆制品的水分含量测定，AOAC 988.05 用于丹贝和非发酵豆制品的蛋白质含量测定，AOAC 963.15 用于丹贝的脂质含量测定。特别要指出的是，此三种方法都获批作为 I 类方法用于丹贝，而丹贝的蛋白质、脂肪和碳水化合物比率与纳豆相近（表 1）。因此，这三种方法也很可能适用于纳豆。

表 1 两种发酵豆制品纳豆和丹贝的蛋白质、脂肪和碳水化合物比率

	蛋白质 (%)	脂肪 (%)	碳水化合物 (%)
纳豆	16.5	10.0	12.1
丹贝	15.8	9.0	15.4

引自《日本食品标准成分表》2020 年

为确保相关方法对纳豆的适用性，日本开展了单一实验室验证研究，因为根据分析及抽样方法法典委员会第四十一届会议的一致意见，若某项研究是为了将过往验证方法延伸至新的产品，则不需要开展完整的联合研究。

验证研究

验证研究在日本食品分析中心进行。每项分析为期 3 天，每天 7 次。

样本制备程序

每份样本置于一个塑料袋内，以木槌从袋子上方进敲打，进行初步破碎。初步破碎后的产品以食品加工机（DLC-N7J）[Conair Japan GK]处理约 30 秒，进行粉碎和均质化。之后冷藏（2 至 8 摄氏度），直至接受检测。每项分析两份纳豆样本，选择接近成分平均

值的样本和下限样本进行分析。

(1) 水分含量分析方法

采用 AOAC 925.09 分析了两份样本（样本 A 和样本 B）的水分含量。AOAC 925.09 规定使用直径 55 毫米左右、高度 15 毫米左右的金属盘，因此研究使用了直径 55 毫米、高度 25 毫米的金属盘。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 2 和表 3。

表 2 样本 A 水分含量分析（3 天×7 次试验）

试验	水分（g/100 g）。		
	第一天	第二天	第三天
1	60.17	60.05	60.00
2	60.12	59.92	60.05
3	60.00	60.08	60.07
4	60.00	59.97	60.08
5	59.92	59.93	59.88
6	59.97	59.95	60.00
7	59.98	59.98	60.00
重复性相对标准偏差（%）	0.13		
中间相对标准偏差（%） （中间精密度）	0.13		

表 3 样本 B 水分含量分析（3 天×7 次试验）

试验	水分（g/100 g）。		
	第一天	第二天	第三天
1	55.77	55.12	55.64
2	55.62	55.42	55.41
3	55.48	55.43	55.43
4	55.51	55.44	55.33
5	55.58	55.48	55.40
6	55.75	55.13	55.37
7	55.42	55.32	55.43
重复性相对标准偏差（%）	0.23		
中间相对标准偏差（%） （中间精密度）	0.31		

(2) 蛋白质含量分析方法

采用 AOAC 988.05 分析了两份样本（样本 C 和样本 D）的蛋白质含量。分析方法在 AOAC 988.05 的基础上稍作修改，使用 200 毫升凯氏定氮瓶，所用水解试剂比例为 1/2。此外，用沸石[Sigma-Aldrich Japan LLC]代替刚玉颗粒，在蒸馏过程中观察到泡沫时加入了若干滴 1% 的有机硅消泡剂。计算采用的氮到蛋白质转化因子为 5.71。

样本 C 和样本 D 的分析结果分别见

表 4 和表 5。

表 4 样本 C 蛋白质含量分析（3 天×7 次试验）

试验	蛋白质（g/100 g）。		
	第一天	第二天	第三天
1	15.92	16.00	15.83
2	16.03	15.95	15.68
3	15.61	15.92	15.83
4	15.83	15.83	15.77
5	15.76	15.78	15.82
6	15.81	15.83	15.66
7	15.83	15.75	15.74
重复性相对标准偏差（%）	0.64		
中间相对标准偏差（%） （中间精密度）	0.68		

表 5 样本 D 蛋白质含量分析（3 天×7 次试验）

试验	蛋白质（g/100 g）。		
	第一天	第二天	第三天
1	13.37	13.24	13.56
2	12.88	13.34	13.47
3	13.42	13.66	13.63
4	13.16	13.55	13.38
5	13.50	13.82	13.75
6	13.85	13.62	13.44
7	13.03	13.75	13.55
重复性相对标准偏差（%）	1.74		
中间相对标准偏差（%） （中间精密度）	1.91		

(3) 脂质含量分析方法

采用 AOAC 963.15 分析了两份样本（样本 E 和样本 F）的脂质含量。精确称重 4 克纳豆作为一份试料。滤纸采用 Whatman 589/2 级，相当于 AOAC 方法中描述的 S&S 589 滤纸。

样本 E 和样本 F 的分析结果分别见

表 6 和表 7。

表 6 样本 E 脂质含量分析（3 天×7 次试验）

试验	脂质 (g/100 g)。		
	第一天	第二天	第三天
1	10.03	9.99	9.97
2	10.04	10.00	9.97
3	10.70	10.02	10.01
4	9.86	10.00	9.97
5	9.99	10.02	10.02
6	9.38	10.04	10.09
7	9.94	9.79	10.06
重复性相对标准偏差 (%)	1.52		
中间相对标准偏差 (%) (中间精密度)	1.54		

表 7 样本 F 脂质含量分析（3 天×7 次试验）

试验	脂质 (g/100 g)。		
	第一天	第二天	第三天
1	7.02	6.70	7.27
2	7.12	7.26	7.25
3	7.16	7.15	7.23
4	7.19	7.26	7.25
5	7.08	7.09	7.35
6	7.18	7.24	7.29
7	7.26	7.30	7.17
重复性相对标准偏差 (%)	1.79		
中间相对标准偏差 (%) (中间精密度)	1.86		

结果

研究综述见表 8。根据 AOAC 公定分析法 (OMA) 附录 F“标准方法性能要求导则”，HorRat(r) 值的可接受范围为 0.3 至 1.3。这些试验中的 HorRat(r) 值都大大低于一般可接受的 HorRat(r) 值上限。

鉴于此，再现性相对标准偏差 (RSD_R) 很可能可以达到《程序手册》规定的性能标准。

表 8 单一实验室验证研究综述

规定	浓度	中间相对标准偏差 RSD_i [%]	重复性相对标准偏差 RSD_r [%]	预测再现性相对标准偏差 $PRSD(R)$ [%] ⁶	HorRat(r)
水分	$\geq 53\%$	0.13, 0.31	0.13, 0.23	1.37	0.095, 0.17
蛋白质	$\geq 10\%$	0.68, 1.91	0.64, 1.74	2.83	0.23, 0.62
脂质	$\geq 5\%$	1.54, 1.86	1.52, 1.79	3.14	0.48, 0.57

⁶ $PRSD(R) = C^{-0.5}$ ($C > 0.138$) 或 $2C^{-0.15}$ ($C \leq 0.138$), 其中 C 为浓度, 以质量分数表示。

清麴醬分析方法验证研究 (由韩国提交)

背景

为确保相关方法对清麴醬的适用性，韩国开展了单一实验室验证研究。

验证研究

每项分析为期 3 天，每天 7 次。

1. 清麴醬

(1) 水分含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析水分含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 1 和表 2。

表 1 样本 A 水分含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 A 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	48.96	49.00	48.65	48.97	0.31	0.63
2	49.07	48.93	48.59			
3	49.86	49.28	49.00			
4	48.48	48.97	49.08			
5	49.20	49.13	48.89			
6	48.50	48.64	49.12			
7	49.14	48.81	49.01			
每天平均值 Mean	49.03	48.97	48.91			
重复性平均值 Mean r	48.97					
每天标准偏差 SD	0.47	0.21	0.21			
重复性标准偏差 SD r	0.21					
每天相对标准偏差 RSD	0.96	0.42	0.43			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.43					

表 2 样本 B 水分含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 S _{di}	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	51.71	51.58	51.70	51.60	0.10	0.20
2	51.62	51.77	51.56			
3	51.58	51.78	51.76			
4	51.53	51.54	51.56			
5	51.61	51.61	51.47			
6	51.41	51.56	51.56			
7	51.51	51.75	51.50			
每天平均值 Mean	51.57	51.66	51.59			
重复性平均值 Mean r	51.60					
每天标准偏差 SD	0.10	0.11	0.10			
重复性标准偏差 SD r	0.10					
每天相对标准偏差 RSD	0.18	0.21	0.20			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.20					

(2) 蛋白质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析蛋白质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 3 和表 4。

表 3 样本 A 蛋白质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	19.54	19.93	19.38	19.59	0.21	1.06
2	19.72	19.56	19.56			
3	19.48	19.89	19.70			
4	19.48	19.76	19.77			
5	19.50	19.44	19.39			
6	19.32	19.65	19.55			
7	20.03	19.31	19.34			
每天平均值 Mean	19.58	19.65	19.53			
重复性平均值 Mean r	19.59					
每天标准偏差 SD	0.23	0.23	0.17			
重复性标准偏差 SD r	0.23					
每天相对标准偏差 RSD	1.18	1.17	0.85			
重复性相对标准偏差 RSD r	1.17					

表 4 样本 B 蛋白质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEANi	实验室内 标准偏差 Sdi	中间相对 标准偏差 RSDi
1	17.30	17.50	17.57	17.53	0.22	1.24
2	17.29	17.55	17.23			
3	17.41	17.95	17.69			
4	17.54	17.79	17.22			
5	17.50	17.81	17.40			
6	17.34	17.79	17.29			
7	17.53	17.85	17.52			
每天平均值 Mean	17.41	17.75	17.42			
重复性平均值 Mean r	17.53					
每天标准偏差 SD	0.11	0.16	0.18			
重复性标准偏差 SD r	0.16					
每天相对标准偏差 RSD	0.62	0.92	1.03			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.92					

(3) 脂质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析脂质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 5 和表 6。

表 5 样本 A 脂质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	5.05	4.76	4.70	4.87	0.15	3.03
2	4.95	4.88	4.87			
3	4.66	4.62	4.98			
4	4.87	4.99	5.06			
5	4.91	4.74	4.66			
6	5.06	4.89	4.79			
7	4.72	4.96	5.11			
每天平均值 Mean	4.89	4.83	4.88			
重复性平均值 Mean r	4.87					
每天标准偏差 SD	0.15	0.13	0.17			
重复性标准偏差 SD r	0.15					
每天相对标准偏差 RSD	3.12	2.73	3.55			
重复性相对标准偏差 RSD r	3.12					

表 6 样本 B 脂质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 S _{di}	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	4.33	4.19	4.01	4.15	0.11	2.59
2	3.99	4.10	4.19			
3	4.09	4.01	4.22			
4	4.01	4.24	3.99			
5	4.14	4.31	4.31			
6	4.23	4.18	4.22			
7	4.14	4.09	4.14			
每天平均值 Mean	4.13	4.16	4.16			
重复性平均值 Mean r	4.15					
每天标准偏差 SD	0.12	0.10	0.12			
重复性标准偏差 SD r	0.12					
每天相对标准偏差 RSD	2.89	2.41	2.83			
重复性相对标准偏差 RSD r	2.83					

结果

研究综述见表 7。水分含量的 HorRat(r) 值为 0.144 和 0.303。蛋白质含量的 HorRat(r) 值为 0.395 和 0.502。脂质含量的 HorRat(r) 值为 0.601 和 0.662。

表 7 单一实验室验证研究综述

规定	浓度	样本 A 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 B 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 A 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	样本 B 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	实验室内 平均值 MEAN i(s) 平均	预测再 现性相 对标准 偏差 PRSD (R) [%][1]	样本 A HorR at r	样本 B HorR at r
水分	C(%) ≤ 51.77	0.63	0.20	0.43	0.20	50.29	1.41	0.303	0.144
蛋白质	C(%) ≥ 17.22	1.06	1.24	1.17	0.92	18.56	2.32	0.502	0.395
脂质	C(%) ≥ 4.01	3.03	2.59	3.12	2.83	4.51	4.71	0.662	0.601

2. 清麩酱粉

(1) 水分含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析水分含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 8 和表 9。

表 8 样本 A 水分含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	6.81	6.85	7.09	6.88	0.11	1.63
2	6.82	6.82	7.00			
3	6.71	6.94	7.02			
4	6.73	6.86	7.00			
5	6.81	6.80	6.98			
6	6.74	6.89	7.06			
7	6.79	6.90	6.96			
每天平均值 Mean	6.77	6.86	7.02			
重复性平均值 Mean r	6.88					
每天标准偏差 SD	0.04	0.05	0.05			
重复性标准偏差 SD r	0.05					
每天相对标准偏差 RSD	0.66	0.71	0.64			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.66					

表 9 样本 B 水分含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 S _{di}	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	6.83	6.90	6.97	6.92	0.08	1.20
2	6.87	6.84	6.96			
3	6.87	6.81	7.09			
4	6.80	6.87	7.00			
5	6.88	6.96	6.99			
6	6.87	6.95	7.07			
7	6.87	6.86	7.03			
每天平均值 Mean	6.86	6.88	7.02			
重复性平均值 Mean r	6.92					
每天标准偏差 SD	0.03	0.05	0.05			
重复性标准偏差 SD r	0.05					
每天相对标准偏差 RSD	0.42	0.79	0.70			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.70					

(2) 蛋白质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析蛋白质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 10 和表 11。

表 10 样本 A 蛋白质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	39.28	40.16	38.29	39.25	0.52	1.32
2	39.58	39.48	38.42			
3	39.32	39.50	38.79			
4	39.17	40.21	38.72			
5	39.14	39.56	38.86			
6	39.47	40.15	38.97			
7	39.08	39.23	38.98			
每天平均值 Mean	39.29	39.76	38.72			
重复性平均值 Mean r	39.25					
每天标准偏差 SD	0.18	0.41	0.27			
重复性标准偏差 SD r	0.27					
每天相对标准偏差 RSD	0.46	1.02	0.70			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.70					

表 11 样本 B 蛋白质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 S _{di}	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	39.80	39.88	38.35	39.42	0.59	1.49
2	39.89	39.87	38.68			
3	39.86	39.56	38.67			
4	39.77	39.90	38.39			
5	39.65	40.10	38.72			
6	39.57	39.90	38.89			
7	39.91	39.64	38.77			
每天平均值 Mean	39.78	39.83	38.64			
重复性平均值 Mean r	39.42					
每天标准偏差 SD	0.13	0.18	0.20			
重复性标准偏差 SD r	0.18					
每天相对标准偏差 RSD	0.32	0.46	0.51			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.46					

(3) 脂质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析脂质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 12 和表 13。

表 12 样本 A 脂质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	25.43	25.41	25.52	25.43	0.14	0.54
2	25.57	25.23	25.42			
3	25.29	25.43	25.39			
4	25.50	25.32	25.49			
5	25.34	25.75	25.23			
6	25.60	25.47	25.42			
7	25.24	25.32	25.62			
每天平均值 Mean	25.42	25.42	25.44			
重复性平均值 Mean r	25.43					
每天标准偏差 SD	0.14	0.17	0.12			
重复性标准偏差 SD r	0.14					
每天相对标准偏差 RSD	0.55	0.65	0.48			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.55					

表 13 样本 B 脂质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	21.91	21.87	21.84	21.68	0.16	0.74
2	21.89	21.62	21.72			
3	21.53	21.76	21.62			
4	21.51	21.55	21.39			
5	21.92	21.47	21.88			
6	21.79	21.60	21.62			
7	21.62	21.73	21.55			
每天平均值 Mean	21.74	21.65	21.66			
重复性平均值 Mean r	21.68					
每天标准偏差 SD	0.18	0.14	0.17			
重复性标准偏差 SD r	0.17					
每天相对标准偏差 RSD	0.85	0.63	0.78			
重复性相对标准 偏差 RSD r	0.78					

结果

研究综述见表 14。水分含量的 HorRat(r) 值为 0.174 和 0.185。蛋白质含量的 HorRat(r) 值为 0.287 和 0.437。脂质含量的 HorRat(r) 值为 0.265 和 0.381。

表 14 单一实验室验证研究综述

规定	浓度	样本 A 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 B 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 A 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	样本 B 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	实验室内 平均值 MEAN i(s) 平均	预测性再 相对标准 偏差 PRSD (R) [%][1]	样本 A HorR at r	样本 B HorR at r
水分	C(%) ≤ 7.09	1.63	1.20	0.66	0.70	6.90	3.81	0.174	0.185
蛋白质	C(%) ≥ 38.29	1.32	1.49	0.70	0.46	39.34	1.59	0.437	0.287
脂质	C(%) ≥ 21.39	0.54	0.74	0.55	0.78	23.56	2.06	0.265	0.381

3. 清鞠酱球形颗粒

(1) 水分含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析水分含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 15 和表 16。

表 15 样本 A 水分含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	4.05	4.12	4.10	4.09	0.06	1.39
2	3.99	4.07	4.16			
3	4.05	4.12	4.11			
4	4.01	4.15	4.16			
5	4.00	4.11	4.08			
6	4.06	4.17	4.10			
7	3.99	4.10	4.13			
每天平均值 Mean	4.02	4.12	4.12			
重复性平均值 Mean r	4.09					
每天标准偏差 SD	0.03	0.03	0.03			
重复性标准偏差 SD r	0.03					
每天相对标准偏差 RSD	0.79	0.75	0.75			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.75					

表 16 样本 B 水分含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	水分 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 S _{di}	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	3.94	4.04	4.12	4.02	0.08	1.94
2	3.96	4.00	4.12			
3	3.87	4.02	4.10			
4	3.92	4.05	4.04			
5	3.94	4.02	4.12			
6	3.92	4.09	4.08			
7	3.94	4.03	4.11			
每天平均值 Mean	3.93	4.03	4.10			
重复性平均值 Mean r	4.02					
每天标准偏差 SD	0.03	0.03	0.03			
重复性标准偏差 SD r	0.03					
每天相对标准偏差 RSD	0.75	0.75	0.71			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.75					

(2) 蛋白质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析蛋白质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 17 和表 18。

表 17 样本 A 蛋白质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	42.38	42.45	42.22	42.51	0.24	0.57
2	42.36	42.55	42.30			
3	42.48	42.43	42.52			
4	42.49	42.72	42.37			
5	43.41	42.51	42.37			
6	42.54	42.76	42.52			
7	42.59	42.35	42.50			
每天平均值 Mean	42.61	42.54	42.40			
重复性平均值 Mean r	42.51					
每天标准偏差 SD	0.36	0.15	0.12			
重复性标准偏差 SD r	0.15					
每天相对标准偏差 RSD	0.85	0.35	0.28			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.35					

表 18 样本 B 蛋白质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	蛋白质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	39.43	38.96	38.95	39.16	0.27	0.68
2	39.20	39.22	39.07			
3	39.33	39.25	39.11			
4	38.62	38.96	39.98			
5	39.11	39.14	39.02			
6	39.33	39.39	38.90			
7	39.11	39.30	39.07			
每天平均值 Mean	39.16	39.17	39.16			
重复性平均值 Mean r	39.16					
每天标准偏差 SD	0.27	0.17	0.37			
重复性标准偏差 SD r	0.27					
每天相对标准偏差 RSD	0.68	0.42	0.95			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.68					

(3) 脂质含量分析方法

取两份样本（样本 A 和样本 B）分析脂质含量，为期 3 天，每天 7 次。

样本 A 和样本 B 的分析结果分别见表 19 和表 20。

表 19 样本 A 脂质含量分析（3 天×7 次试验）

样本 A 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	18.50	18.45	18.52	18.56	0.13	0.69
2	18.51	18.60	18.62			
3	18.65	18.78	18.59			
4	18.57	18.36	18.36			
5	18.43	18.67	18.67			
6	18.33	18.74	18.42			
7	18.63	18.62	18.66			
每天平均值 Mean	18.52	18.60	18.55			
重复性平均值 Mean r	18.56					
每天标准偏差 SD	0.11	0.15	0.12			
重复性标准偏差 SD r	0.12					
每天相对标准偏差 RSD	0.61	0.80	0.66			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.66					

表 20 样本 B 脂质含量分析 (3 天×7 次试验)

样本 B 试验	脂质 (g/100 g)			实验室内		
	第一天	第二天	第三天	实验室内 平均值 MEAN _i	实验室内 标准偏差 SD _i	中间相对 标准偏差 RSD _i
1	23.76	23.61	23.52	23.57	0.17	0.71
2	23.24	23.56	23.72			
3	23.64	23.26	23.56			
4	23.52	23.67	23.52			
5	23.80	23.72	23.31			
6	23.50	23.82	23.80			
7	23.56	23.50	23.46			
每天平均值 Mean	23.57	23.59	23.55			
重复性平均值 Mean r	23.57					
每天标准偏差 SD	0.19	0.18	0.16			
重复性标准偏差 SD r	0.18					
每天相对标准偏差 RSD	0.80	0.75	0.69			
重复性相对标准偏差 RSD r	0.75					

结果

研究综述见表 21。水分含量的 HorRat(r) 值为 0.150 和 0.151。蛋白质含量的 HorRat(r) 值为 0.226 和 0.436。脂质含量的 HorRat(r) 值为 0.301 和 0.346。

表 21 单一实验室验证研究综述

规定	浓度	样本 A 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 B 实验室内相对 标准偏差 RSD _i [%]	样本 A 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	样本 B 重复性相对 标准偏差 RSD _r [%]	实验室内 平均值 MEAN i(s) 平均	预测再 现性相 对标准 偏差 PRSD (R) [%][1]	样本 A HorR at r	样本 B HorR at r
水分	$C(\%) \leq 4.17$	1.39	1.94	0.75	0.75	4.05	4.97	0.151	0.150
蛋白质	$C(\%) \geq 38.62$	0.57	0.68	0.35	0.68	40.84	1.56	0.226	0.436
脂质	$C(\%) \geq 18.33$	0.69	0.71	0.66	0.75	21.06	2.18	0.301	0.346

附录 II

参与国名单

序号	国家
成员国	
1	中国
2	印度尼西亚
3	日本（主席）
4	马来西亚
5	韩国
6	泰国
7	越南
观察员国	
8	法国
9	尼日利亚
10	乌干达