

生乳検査精度管理標準作業書作成のガイドライン

初版 :平成 22 年 3 月 2 日

2 版 :平成 28 年 3 月 30 日

3 版 :平成 29 年 4 月 1 日

4 版 :令和 4 年 4 月 1 日

5 版 :令和 8 年 4 月 1 日

1. 目的

生乳検査精度管理認証制度による認証を受けようとする、または認証を更新しようとする生乳検査施設及び検体採取組織は、「生乳検査精度管理認証基準」を遵守し、運用することが求められる。また、申請書の調査及び現地調査もこの認証基準に基づいて実施される(認証基準第3条1、第6条3(1))。この文書は、生乳検査精度管理認証基準第14条の規定する標準作業書(SOP)を施設又は組織が作成するための指針である。

本ガイドラインはそれぞれの施設・組織に適したSOPを作成するための参考とするものである。

2. 用語

【生乳検査施設】

生乳検査を実施する施設のこと。生乳検査施設には、信頼性確保部門及び生乳検査部門を置く。

生乳検査のみを検体採取組織から受託して実施する施設は、検体の受領から検査結果までの責任を負う。この場合は、検体の搬送法・搬送条件等について、検体採取組織との連携が必要である。(Q&A-8 参照)

【検体採取組織】

生乳検査を他者に委託し、生乳の検体採取のみを実施する組織のこと。検体採取組織には、信頼性確保部門及び検体採取部門を置く。

検体の採取から生乳検査施設への受け渡しまでの責任を負うことを原則とし、生乳検査施設と連携して精度管理を行う必要がある。(Q&A-8 参照)

【信頼性確保部門】

組織、文書、記録等精度管理状況、教育訓練等の内部点検を行う部門のこと。信頼性確保部門には、信頼性確保部門責任者を置く。

【生乳検査部門】

検体の採取、検体の搬送、検査、試薬機器の管理、精度管理及び検査員・検体採取者の教育訓練を行う部門のこと。生乳検査部門には、生乳検査部門責任者を置く。

【検体採取部門】

検体の採取、検体の搬送、検体採取者の教育訓練を行う部門のこと。検体採取部門には、検体採取部門責任者を置く。

【信頼性確保部門責任者】

信頼性確保部門の業務を統括し、責任を負う者のこと。(Q&A-3 参照)

【指定者(任意の名称で良い)】

信頼性確保部門責任者の指揮下で、内部点検等の実務を行う者のこと。その結果について信頼性確保部門責任者に報告する。

【生乳検査部門責任者】

生乳検査部門の業務を統括し、責任を負う者のこと。(Q&A-3 参照)

【検体採取部門責任者】

検体採取部門の業務を統括し、責任を負う者のこと。(Q&A-3 参照)

【区分責任者(任意の名称で良い)】

生乳検査部門責任者または検体採取部門責任者の指揮下で担当区分の実務管理を行う者のこと。随時、部門責任者に報告する。

【検査員】

生乳検査部門責任者または区分責任者の指揮下で、担当項目の検査の実務を行う者のこと。

【検体採取者】

生乳検査部門責任者もしくは検体採取部門責任者、または区分責任者の指揮下で、検体採取の実務を行う者のこと。

【標準作業書】

信頼性確保部門、生乳検査部門及び検体採取部門が行う精度管理、生乳検査及び検体採取に係る作業標準を定めたものこと(SOP:Standard Operating Procedures)。

【精度管理】

生乳検査施設及び検体採取組織の検査結果の品質保証を目的とした一連の業務をいう。

3. 組織

生乳検査施設及び検体採取組織は、信頼性確保部門及び、生乳検査部門または検体採取部門を設置し、各部門に責任者を置く。

【責任者の要件】

信頼性確保部門、生乳検査部門または検体採取部門の責任者の要件は、施設・組織が自らの責任で規定する。(Q&A-3 参照)

【信頼性確保部門】

組織(職務分掌)、文書(標準作業書)、記録(検査記録・機器校正メンテナンス記録他)等の内部点検を行う。また、「信頼性確保部門責任者」は内部点検等の実務を行う「指定者」を置くことができる。(複数の施設を保有する組織の場合には、「信頼性確保部門責任者」1名とし、各施設に「指定者」を置くことができる。)(Q&A-9・12 参照)

【信頼性確保部門構成員の役割と要件】

1) 信頼性確保部門責任者

信頼性確保部門の業務を統括し、自ら内部点検を行い、または「指定者」に内部点検を行わせ点検結果について評価するとともに、必要に応じて、生乳検査部門、検体採取部門または「指定者」に改善措置を命ずる。

生乳検査部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・9・10・12・15・17 参照)

2) 指定者

「信頼性確保部門責任者」より選定され、その指揮下で内部点検を行うとともに、点検結果について、「信頼性確保部門責任者」に報告を行う。(「指定者」を配置しない場合には「信頼性確保部門責任者」が自ら内部点検を行う。)

生乳検査部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・17 参照)

【生乳検査部門】

検体の採取、検体の搬送、検査、試薬機器の管理、精度管理、並びに「検査員」及び「検体採取者」の教育訓練を行う。また、「生乳検査部門責任者」は検査業務等の実務を管理する「区分責任者」を置くことができる。(複数の検査施設を保有する組織の場合には、「生乳検査部門責任者」1名とし、各検査施設に「区分責任者」を置くことができる。)

(Q&A-11 参照)

【生乳検査部門構成員の役割と要件】

1) 生乳検査部門責任者

生乳検査部門の業務を統括し、自ら検査実務を管理、または「区分責任者」に生乳検査の管理を行わせ、検査状況の遂行を監督する。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・14・17 参照)

2) 区分責任者

「生乳検査部門責任者」の指揮下で検査実務の管理を行うとともに、「生乳検査部門責任者」に検査の遂行状況を随時報告する。（「区分責任者」を配置しない場合には「生乳検査部門責任者」が自ら検査実務の管理を行う。）

「区分責任者」は次の資格要件を満たさなければならない。

資格要件:担当する検査室で実施する全ての検査項目について、検査員と同等以上の能力を有すること。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。

3) 検査員

生乳検査部門責任者または区分責任者の指揮下で検査の実務を遂行する。

「検査員」は次の資格要件を満たさなければならない。

資格要件:教育訓練を受けかつ正規職員またはそれに相当する職員で1年以上の実務経験がある者、または外部研修((公財)日本乳業技術協会主催の生乳検査技術研修会等)を受講し、生乳検査部門責任者に能力があると認められた者。(Q&A-22 参照)

検体採取者と兼務することができる。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-17・19 参照)

4) 検体採取者

生乳検査部門責任者または区分責任者の指揮下で検体採取を実施する。

「検体採取者」は次の資格要件を満たさなければならない。

資格要件:標準作業書に定められた教育訓練を受けた者であって、検体の取扱いを理解し、バルククーラー、タンクローリーに貯乳されている生乳からそれらを代表する検体を採取し、検査結果に影響を与える要因を自ら排除する能力を有すると責任者に認められた者。

検査員と兼務することができる。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・16・17 参照)

〈補足事項〉

人員確保が困難な場合には検体採取者に他の担当者を指導させ、順次、要件を満たす者を増員させることにより、業務の円滑な運用を図る。

【検体採取部門】

検体の採取、検体の搬送、検体採取者の教育訓練を行う。また、検査を委託している生乳検査施設と連携して検体採取、保管、搬送の内部精度管理を行う。また、「検体採取部門責任者」は検体採取業務等の実務を管理する「区分責任者」を置くことができる。(複数の採取関連施設を保有する組織の場合には、「検体採取部門責任者」1名とし、各採取関

連施設に「区分責任者」を置くことができる。)(Q&A-13 参照)

【検体採取部門構成員の役割と要件】

1) 検体採取部門責任者

検体採取部門の業務を統括し、自ら検体採取実務を管理し、または「区分責任者」に検体採取の管理を行わせ、検体採取の遂行状況を監督する。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・17 参照)

2) 区分責任者

「検体採取部門責任者」の指揮下で検体採取実務の管理を行うとともに、「検体採取部門責任者」に検体採取の遂行状況を随時報告する。(「区分責任者」を配置しない場合は「検体採取部門責任者」が自ら検体採取実務の管理を行う。)

「区分責任者」は次の資格要件を満たさなければならない。

資格要件:担当する検体採取に係る業務について、検体採取者と同等以上の能力を有すること。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。

3) 検体採取者

検体採取部門責任者または区分責任者の指揮下で検体採取を実施する。

「検体採取者」は、次の資格要件を満たさなければならない。

資格要件:標準作業書に定められた教育訓練を受けた者であって、検体の取扱いを理解し、バルククーラー、タンクローリーに貯乳されている生乳からそれらを代表する検体を採取し、検査結果に影響を与える要因を自ら排除する能力を有すると責任者が認める者であること。

信頼性確保部門の業務を兼務することはできない。(Q&A-7・16・17 参照)

〈補足事項〉

人員確保が困難な場合には検体採取者に他の担当者を指導させ、順次要件を満たす者を増員させ、業務の円滑な運用を図る。

4. 文書 (標準作業書)

文書の取扱い、検査に係る組織、検体採取、検査法、試薬・機器管理、精度管理、教育訓練及び検査員等の資格要件、内部点検及び記録の方法を定めた標準作業書を作成し、これらに従って業務を行う。(Q&A-1・2 参照)

【標準作業書の承認手続き】

標準作業書は「生乳検査部門責任者」(検体採取組織の場合は「検体採取部門責任者」)及び「信頼性確保部門責任者」が承認する。標準作業書の承認は両部門責任者が行わな

ければならず、社内規定で決められた役員や管理職が承認しても、それとは別に部門責任者による承認が必要である。

また、改訂前の旧標準作業書の保管期間を定める。(Q&A-3・4・5 参照)

【標準作業書の保管】

標準作業書の原本は「生乳検査部門責任者または検体採取部門責任者」が保管し、「信頼性確保部門責任者」、「指定者」、「区分責任者」、「検査員」及び「検体採取者」等は、標準作業書の写し、または電子保管(PDF など)原本を使用して業務を遂行する。なお、生乳検査部門責任者または検体採取部門責任者は、標準作業書の改訂が行われた場合、写しも同様に改訂されたことがわかるような記録を残す。(Q&A-6 参照)

【標準作業書に定める内容】

1) 文書の取扱い

生乳検査に係る標準作業書の作成・改訂・保管の方法、信頼性確保部門及び生乳検査部門(検体採取部門)の記録方法及び記録内容を定める。

2) 組織(職務分掌)

信頼性確保部門、生乳検査部門及び検体採取部門の各担当者名、役職名、資格要件を満たすことを明記し、各担当者が実施する業務について規定する。

3) 検体採取法

検体採取方法及び検体採取の記録方法について規定する。

検体採取は、「生乳検査マニュアル」(生乳検査精度管理委員会編)に示した方法により行う。(Q&A-20 参照)

4) 検体の搬送法

検体採取場所と検査室が同一の敷地内にはない場合には、検体の搬送条件(輸送温度、検体採取から検査室到着までの時間制限等)及び検体の搬送の記録方法について規定する。(Q&A-8・31 参照)

5) 検体の取扱い

検体の受付(受け渡し)、保管及び廃棄の方法及びこれらの記録方法について規定する。(Q&A-44 参照)

6) 検査法(記録及び標準法との同等性評価)

検査法及びトレーサビリティ確保のための検査経過の記録方法について規定する。

乳脂肪分、無脂乳固形分及び体細胞数(迅速測定機)のうち、当該検査施設で実施

しているものについて検査法等を規定する。

また、検査法については、標準法(「生乳検査マニュアル」(生乳検査精度管理委員会編))を原則とするが、標準法の変法等を採用する場合には、必ず標準法との同等性評価を行い、その内容を標準作業書に記載する。この場合、標準法と代替試験法の同等性評価データについては販売業者等から入手し収載することができる。(Q&A-22・23・32 参照)

7) 試薬管理

検査に使用する試薬等(試薬を希釈したもの(希釈液)を含む。)について、保管方法(未開封・開封済別)、使用期限の設定、表示方法(ラベル)及び使用記録の方法について規定する。なお、試薬メーカーが使用期限を保証していない試薬については「試薬の開封年月日」を表示して管理することができる。(Q&A-24～29 参照)

8) 機器管理(メンテナンス・校正)

検査に使用する機器の日常点検(使用時点検)、定期点検、異常時点検(機器の故障)、校正の内容や頻度及び記録すべき事項を規定する。また、定期点検及び異常時点検についてはメンテナンス業者との契約等取り交わし条項について記載する。また、代替試験法のうち赤外分光多成分測定装置を使用する場合には、参考資料①を参照の上、校正を実施する。

代替試験法(成分・体細胞数)の日常点検は、管理試料(内部精度管理用パイロットサンプル)を午前と午後の検査開始時および検査終了時に測定し、許容範囲からの逸脱がないことを確認する。ただし、日常点検と内部精度管理を同時に行う場合には日常点検を省略することができる。(Q&A-30 参照)

9) 精度管理業務(検査員等の技術水準の確保)

a) 内部精度管理

○自己評価の留意点

生乳検査部門責任者および区分責任者が検査員を兼務している場合、管理試料の測定と測定値が許容範囲内であることの承認を自ら行うことができるが、定期的に信頼性確保部門責任者の承認をうけること。なお、管理試料の測定値の承認は再検査が可能な期間までに行えば問題はない。(Q&A-18 参照)

○生乳検査施設

検査項目ごとに内部精度管理の方法、頻度及び記録の方法を定める。検体の搬送がある場合は、搬送状態の内部精度管理として、搬送の温度管理状況を確認する。

生乳の検査のみを検体採取組織から受託して実施する施設の場合は、検体採取組織と連携して、検体の搬送状態の内部精度管理として、搬送の温度管理状況を確認する。

認する。(Q&A-8 参照)

○検体採取組織

生乳検査を委託している生乳検査施設と連携して、検体の搬送状態の内部精度管理として、搬送の温度管理状況を確認する。(Q&A-8 参照)

○管理試料(内部精度管理用パイロットサンプル)

生乳に保存料を加えたデータ既知のサンプルであり、均一性の確認及び基準値の設定は、ロットの使用開始前に生乳検査部門責任者または区分責任者の承認が必要である。使用期限は、約 14 日間程度で定め、期限前に次のサンプルへの切り替えを行う。また、メンテナンス等により急遽校正が必要となった場合においては、校正用のバックアップ試料として利用可能である。

また、種類別:牛乳(殺菌牛乳)も検査条件によっては使用可能である。牛乳の場合の使用期限は保存試験等により自ら設定可能とする。ただし、加熱殺菌の影響をうけることが明らかな代替試験法については生乳仕様の管理試料を使用すること。

(Q&A-36-39 参照)

また、第二選択の検査法を実施する場合は、管理試料により許容範囲内であることを確認し、第二選択の検査法で実施したことがわかるよう記録する。(参考資料②、Q&A-21 参照)

○管理試料測定の頻度

標準法または標準法の変法を検査法に採用している場合、対象検査項目が 100 検体に達する毎に、管理試料の測定を実施する。

代替試験法を検査法に採用している場合、再検査が可能な範囲毎に管理試料の測定を実施する。

また、検査中断後の再開前、または検査結果に影響を与える可能性がある異常時にも、管理試料の測定を実施する。(Q&A-40・41・45 参照)

○検体の搬送状態の内部精度管理

年1回以上、必ず夏期における実施を含めて行う。(Q&A-31 参照)

○内部精度管理の評価、異常時の原因究明・改善措置

内部精度管理を行う生乳検査部門責任者または区分責任者は、内部精度管理用管理試料の測定値が許容範囲を逸脱していないことを確認して記録し、逸脱が認められた場合には検査を中止することを含めて、原因究明、改善措置等の措置が必要か検討する。検査を中止した場合、検査再開する手順を定める。これらの内容については記録し、信頼性確保部門が定期的に評価を行う。(Q&A-40・42・43 参照)

○内部精度管理の許容範囲

基準は下記の範囲内、または統計手法により求めた許容差であること。(Q&A-33・34 参照)

成 分(絶対値評価)

乳脂肪分 ±0.05 %以内 全乳固形分(無脂乳固形分) ±0.04 %以内

体細胞数(相対値評価:代替試験法のみ対象、ブリード法は対象外)

±10 %以内(30 万/ml 以下の場合は「±3 万/ml 以内」とする。)

b) 外部精度管理調査への参加

(公財)日本乳業技術協会が実施する外部精度管理調査への参加及び結果判明後の自己評価や必要に応じて実施する改善措置について規定する。

なお、外部精度管理調査の結果評価は、「信頼性確保部門」が行い、「生乳検査部門」へ報告し、「生乳検査部門」は改善措置を行った場合、その内容を「信頼性確保部門」に報告する。(Q&A-46-48 参照)

○外部精度管理調査の評価基準(標準値からの許容範囲)(Q&A-33・35 参照)

成 分(zスコア)

$|z| \leq 2$:満足

$2 < |z| < 3$:疑わしい

$3 \leq |z|$:不満足

2 以下であれば「満足」

2~3 未満は「改善の必要があるか検討」

3 以上であれば「不満足(改善が必要)」

体細胞数(相対値評価:代替試験法(迅速測定機)のみ対象、ブリード法は対象外)

±10 %以内(30 万/ml 以下の場合は「±3 万/ml 以内」):満足

±10 %超過(30 万/ml 以下の場合は「±3 万/ml 超過」):不満足

10) 教育訓練

「信頼性確保部門責任者」は、「指定者」、「生乳検査部門責任者」、「検体採取部門責任者」、「区分責任者」、「検査員」及び「検体採取者」を組織内または外部の研修会に参加させ教育訓練を行う。また、「信頼性確保部門責任者」自らが外部研修会等に参加し、検査精度管理体制の向上を図る。また、検査員や検体採取者等の技術等習得状況を把握するため、研修の実施及び外部研修受講についての記録方法を規定する。(Q&A-49 参照)

11) 内部点検

「信頼性確保部門責任者」は、標準作業書及び標準作業書に定める記録事項について一定の頻度で内部点検を行い、点検結果を記録するとともに「生乳検査部門責任者」または「検体採取部門責任者」に文書により伝達し、問題がある場合には改善措置を求め、改善措置の実施状況について内部点検を行う。また、内部点検に際し年間計画を作成し、計画的な点検を行う。(Q&A-5・50・51 参照)

外部精度管理調査は参加ごとに内部点検を行い、その他は年1回以上の頻度で行う。

(参考資料①)

代替試験法(赤外分光多成分測定装置)の校正方法

適用機器:

赤外分光多成分測定装置

校正方法:

①直接法

標準法で乳脂肪分・無脂乳固形分(全乳固形分)を測定した試料を用いて、赤外分光多成分測定装置の乳脂肪分・無脂乳固形分(全乳固形分)を直接校正する。

② α 値法

標準法で水分(全乳固形分:100・水分)・乳脂肪分・タンパク質を測定し、 α 値(1.00)及び乳糖補正值を計算した試料を用いて、赤外分光多成分測定装置の乳脂肪分・無脂乳固形分(タンパク質 + 乳糖 + α 値)を校正する。(乳脂肪分は直接法と同様)

乳糖補正值とは

標準法によって α 値を計算すると α 値 \neq 1.00 である可能性が高く、また試料により異なる変動値であるため、無脂乳固形分の算出に $\alpha = 1.00$ を使用するとその差分が測定値に影響を及ぼすことになる。この対策として、校正の際に $\alpha = 1.00$ と標準法からの計算値の差を乳糖値に補正を行うことにより、標準法と赤外分光多成分測定装置の無脂乳固形分の測定差を少なくすることができる。

注意点として、乳糖補正值を使用すると無脂乳固形分の値は検量線の範囲(校正用試料の成分範囲)においては標準法と同等性が確保されるが、乳糖の値は標準法のレイン・エイノン法から乖離することになる。また、複数の校正用試料の乳糖補正值を個別に設定した場合、検量線の傾きが大きく変化し、検量線から乖離した試料の測定値に影響を及ぼすことから取

扱いには十分な注意が必要である。

【具体例】

標準法の測定値

α 値 0.96 %

乳脂肪分 3.83 %

タンパク質 3.23 %

乳糖 4.52 %

全乳固形分 12.54 %

$$\alpha \text{ 値} = \text{全乳固形分}(12.54) - \text{乳脂肪分}(3.83) - \text{タンパク質}(3.23) - \text{乳糖}(4.52) \\ = 0.96$$

$$\alpha \text{ 値の誤差} = 1.00 - 0.96 = 0.04$$

$$\text{乳糖補正值} = 4.52 - 0.04 = 4.48$$

$$[\text{乳糖補正值} = \text{全乳固形分}(12.54) - \text{乳脂肪分}(3.83) - \text{タンパク質}(3.23) - \alpha \text{ 値} \\ (1.00)]$$

校正に使用する数値

α 値 1.00 %

乳脂肪分 3.83 %

タンパク質 3.23 %

乳糖(補正值) 4.48 %

全乳固形分 12.54 %

$$\ast \text{標準法の無脂乳固形分} = \text{全乳固形分} - \text{乳脂肪分} = 8.71 \%$$

標準法の無脂乳固形分(8.71)

$$= \text{タンパク質}(3.23) + \text{乳糖補正值}(4.48) + \alpha \text{ 値}(1.00)$$

となり、無脂乳固形分の標準法との同等性が確保される。

③全乳固形分から乳脂肪分を差し引く方法

標準法で乳脂肪分・全乳固形分を測定した試料を用いて、赤外分光多成分測定装置の乳脂肪分・全乳固形分を直接校正する。

校正の注意点:

赤外分光多成分測定装置の校正方法は①②③ともに各検査施設の責任で、標準法との同等性を確保すること。

(参考資料②)

【生乳による管理試料の調製例】

〈原料生乳〉

- ① 個体乳や乳量の少ないバルク乳は避け、5 t 程度以上の路線乳から必要量の生乳を確保する。
- ② 保存性を考え、なるべく細菌数の少ない生乳を選ぶことが望ましい。
- ③ 調製場所まで輸送する必要がある場合には、蓋付容器にロ一杯まで*入れて必ず冷蔵状態で送付すること。

※ チャーニングにより脂肪分が固まるのを防ぐため

〈準備するもの〉

- ① 30～100 ml 容程度の蓋付容器(1 日必要数×日数分) + 基準値設定分 + 調製時モニター用*¹ + 予備分*²
※¹ 調製時の均一状態を確認するためのモニター用として、分注開始時、中間、終了時に採取する。試料の作製本数が多い場合には 20 本毎程度に採取する。
※² 予備分は機器のトラブル発生等の場合を考慮して、十分に確保する。
- ② 全体量を混合することができる容器(ポリ容器、集乳缶など)…あらかじめ風袋重量を確認しておくこと便利である。
- ③ 攪拌棒または攪拌装置。
- ④ サンプル分注用のひしゃくまたはそれに類するもの。
- ⑤ 保存料として 2-Bromo-2-nitro-1,3-propanediol(プロノポール)。

〈調製方法〉

- ① 原料生乳に固まりや色・臭い等の異常がないことを確認する。ゴミは取り除く。
- ② 全体量を一カ所に混ぜ合わせ、攪拌棒等を使用して泡立てないように攪拌する*。特に脂肪の固まりは完全になくすこと。この際加温することは絶対に避け、固まりが残る場合には新たな生乳で再調整するようにする。ただし、ごく少量であれば濾過して取り除いてもかまわない。過剰な攪拌はチャーニングの原因となり、また試料の保存性を著しく悪化させるため避けること。
※ 生乳の脂肪分は時間の経過に伴い上部に集まるため、必ず上下攪拌を行うこと。
- ③ 試料の重量を測定し、プロノポールを 0.02 % 添加後、全体を十分に混合する。プロノポールは難溶性のため、全量を直接添加することはせず、少量の試料で溶かしながら少しずつ加えるようにすると良い。
- ④ 最初にモニター用として 1 本分を取り分け、続いて 10～30ml 程度の蓋付容器に必要な本数を分注する。試料の均一性を確保するため、分注は常時もしくは定期的に全体を混合しながら行い、分注の中間時(もしくは 20 本毎程度)および終了時にモニター用試

料を取り分ける。試料を他の検査施設に送付する場合には容器のロ一杯まで^{*}入れるようにする。

※ チャーニングにより脂肪分が固まるのを防ぐため

- ⑤ 容器の蓋をしっかりと閉め、必要があればビニールテープを巻いておく。調製日時を記したラベルを貼付し、冷蔵で保存する。

〈均一状態の確認〉

- ① モニター用として取り分けた試料を測定し、乳脂肪分・タンパク質・乳糖・全固形分・無脂乳固形分については各モニター用試料を 2 回以上測定し、それぞれの測定値が、全測定値の平均値から $\pm 0.02\%$ 以内であること、体細胞については $\pm 25,000/\text{ml}$ 以内であることを確認する。
- ② 上記範囲から外れている場合には、作製した試料は全て破棄し、新たに調製し直すこと。この際、決して再度混合し分注をやり直してはならない。

〈基準値の設定〉

作製した管理試料は冷蔵保存で 14 日以内が目安となるが、夏期の条件が厳しい時期に行う保存試験により任意で使用期限を設定することができる。基準値の設定は以下の方法により行う。

- ① 機器の校正終了後に管理試料を測定し、この時の測定値を基準値 A とする。
- ② 使用期限内に次の管理試料を新たに調製する。
- ③ 旧管理試料が基準値 A の誤差許容範囲内(SOP 規定)であることを確認する。
- ④ 新管理試料を測定し、この測定値を基準値 B とする。^{*}
※ ③、④の行程は必ず連続して行うこと(クロスオーバー測定)
- ⑤ 使用期限内に次の管理試料を新たに調製し、クロスオーバー測定により新規基準値(基準値 C)を設定する。
- ⑥ クロスオーバーによる管理試料の調製は、校正直後の A~C の 3 回までとし、4 回目以降の調製は誤差範囲が大きくなるため行わない。
- ⑦ 新規基準値の設定が問題なく終了したら旧管理試料はすぐに廃棄し、取り違いを生じないようにすること。
- ⑧ 基準値 A の設定が以後の管理試料基準値の基礎となるため、機器の校正が終了後すぐに測定することが望ましい。

【管理試料のクロスオーバー調製例】

保存試験により使用期限を延長する場合は 14 日以内に制限されないが、この場合、3 ロット以上の保存試験データ記録は必ず保存しておくこと(種類別:牛乳を使用する場合についても期限表示から延長する場合は同様)。

