

(平成 29 年 4 月 1 日改定版)

生乳検査精度管理マニュアル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

生 乳 検 査 精 度 管 理 委 員 会

1.目的

生乳取引、配分検査を行う検査施設及び検体採取組織が、本ガイドラインを参照して生乳検査精度管理マニュアルを作成することを目的とする。

2.用語

【生乳検査施設】

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。
また、生乳検査のみを実施する施設は、検体の受領から検査結果までの責任を負う。なお、この場合には、特に検体の搬送法・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。

【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には、信頼性確保部門及び検体採取部門を置く。
また、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する。なお、この場合には生乳検査施設と連携した精度管理が行われる必要がある。

【信頼性確保部門】

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】

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】

信頼性確保部門責任者は、検査に係る全責任を負う。

【指定者】

信頼性確保部門責任者の指示の下、内部点検等の実務を行い、その結果について信頼性確保部門責任者へ報告する。

【生乳検査部門責任者】

当該施設の検査実務について全責任を負う。

【検体採取部門責任者】

当該組織の検体採取実務について全責任を負う。

【区分責任者】

部門責任者の指示の下、担当区分の実務管理を行い、随時、部門責任者へ報告する。

【検査員】

生乳検査部門責任者または区分責任者の指示の下、担当検査項目の検査を行う。

【検体採取者】

生乳検査部門責任者、検体採取部門責任者または区分責任者の指示の下、検体採取の実務を行う。

【標準作業書】

標準作業書（SOP：Standard Operating Procedures）に、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、検体採取及び生乳検査に係る作業標準を定める。

【精度管理】

生乳検査施設及び生乳採取組織の信頼性確保を目的とした一連の業務をいう。

3.組織

信頼性確保部門、生乳検査部門または検体採取部門を設置し、各部門に責任者を配置する。

（参考資料① 参照）

【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要件は組織の管理職以上の役職者とする。（参考資料①-3 Q&A:3 参照）

【信頼性確保部門】

生乳検査部門または検体採取部門から独立し、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）等の内部点検を実施する。また、「信頼性確保部門責任者」の他に内部点検等の実務を行う「指定者」を配置することができる。（複数の検査施設を保有する組織の場合には、「信頼性確保部門責任者」1名とし、各検査施設に「指定者」を配置することができる）（参考資料①-2 Q&A:1 参照）

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、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。

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」が自ら内部点検を実施する）

【生乳検査部門】

検体の採取、検体の搬送、検査、及び試薬機器の管理、並びに「検査員」及び「検体採取者」の教育訓練を実施する。また、「生乳検査部門責任者」の他に検査業務等の実務を管理する「区分責任者」を配置することができる。（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」を配置することができる）

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。但し、検査員との兼務を認めないものとする。

2) 区分責任者

「生乳検査部門責任者」より指定され、そ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実施する）

資格要件：「区分責任者」が担当する検査室で実施するすべ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。

3) 検査員

「生乳検査部門責任者」より指定され、その指揮下で検査の実務を遂行する。また、指定の際に対象の検査項目及び方法について明記し、当該検査項目及び方法以外の検査を実施することはできない。また、「検査員」の指定には、教育訓練を受け且つ下記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もの、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が能力があると認めたもの。（参考資料①-3 Q&A:11 参照）

コメント [lohta1]:
認証規程別表2「検査員」の改定による

4) 検体採取者

「生乳検査部門責任者」より指定され、その指揮下で検体採取を実務する。「検体採取者」の指定には、教育訓練及び検査員等資格要件を定める標準作業書に従わなければならない。また、「検査員」と兼務することができる。

資格要件：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。（参考資料①-3 参照）

補足事項

人員確保が困難な場合には「検体採取者」を最低1名配置し、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。外部に委託する場合にも適用し、覚書等により責任の所在を明確にする。

また、他者から生乳検査のみを受託している場合には検体採取者を配置しない。

【検体採取部門】

検体の採取、検体の搬送、検査委託先と連携した精度管理、及び「検体採取者」の教育訓練を実施する。また、「検体採取部門責任者」の他に検体採取業務の実務を管理する「区分責任者」を配置することができる。（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」を配置することができる）

所属する人員は「検体採取部門責任者」「区分責任者」及び「検体採取者」とする。

（参考資料①-1～3 Q&A:8 参照）

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、または「区分責任者」に検体採取の管理を行わせ、検体採取状況の遂行を監督する。但し、検体採取者との兼務を認めないものとする。

2) 区分責任者

「検体採取部門責任者」より指定され、そ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「検体採取部門責任者」が自ら検体採取実務の管理を実施する）

資格要件：「区分責任者」が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。

3) 検体採取者

「検体採取部門責任者」より指定され、その指揮下で検体採取を実務する。「検体採取者」の指定には、教育訓練及び検体採取者資格要件を定める標準作業書に従わなければならない。

資格要件：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。（参考資料①-3 参照）

補足事項

人員確保が困難な場合には「検体採取者」を最低 1 名配置し、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。また、外部に委託する場合にも適用し、覚書等により責任の所在を明確にする。

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資格要件、内部点検及び記録の方法を取り決めた作業標準を作成し、これらに従った運用を行う。（参考資料② Q&A:27 参照）

【標準作業書の承認手続き】

「指定者」「区分責任者」「検査員」及び「検体採取者」等が立案する標準作業書の作成更新案を「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」が承認し、検査業務等を遂行する。また、更新を行った場合には、改訂履歴が明らかになるよう整理した文書を作成するとともに、更新前の旧標準作業書を 3 年間保管する。（Q&A:12 参照）

【標準作業書の保管】

標準作業書の原本は「信頼性確保部門責任者」が保管し、「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」）「指定者」「区分責任者」「検査員」及び「検体採取者」等は、標準作業書の写しを使用して業務を遂行する。なお、信頼性確保部門責任者は、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。また標準作業書に定める業務の記録様式・報告様式を改訂した場合は、改訂後の当該様式を標準作業書内に収載する。（更新時、写しの所有者を特定し、通知等を行う基準設定）（Q&A:13 参照）

【業務の記録】

標準作業書を作成・更新する際には記録様式・報告様式を併せて作成・更新し、当該の標準作業書内に収載する。

【標準作業書に定める内容】（参考資料②参照）

1) 文書の取扱い

生乳検査に係る標準作業書の作成・更新・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）の内で行われる指示・報告・改善措置に係る手続きの方法を規定するとともに、記録方法及び記録内容定める。

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を明記するとともに、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

検体採取方法について規定する。また、検体採取の記録方法についても併せて規定する。

なお、検体採取については、生乳検査マニュアル（生乳検査マニュアル検討会議編）に示した方法により採取を行う。（Q&A:14 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）を規定する。また、検体の搬送の記録方法についても併せて規定する。（Q&A:2 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について規定する。また、受付（受け渡し）、保管及び廃棄等の記録方法についても併せて規定する。

6) 検査法（標準法との同等性評価）

検査法について規定する。また、トレーサビリティ確保のため、検査経過の記録方法についても規定する。（Q&A:24 参照）

生乳検査精度管理システムを導入する場合には、乳脂肪分、無脂乳固形分及び体細胞数（迅速測定器）の検査について、当該検査施設で実施している場合には、それぞれ標準作業書に収載しなければならない。また、検査法については、標準法（生乳検査マニュアル（生乳検査マニュアル検討会議編）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収載する。この場合、標準法と迅速測定器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。

なお、体細胞数のブリード法については、生乳検査精度管理システムの対象としない。（Q&A:15 参照）

7) 試薬管理

検査に使用する試薬等について、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：**但し、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」を表示する**）及び使用記録の方法について規定する。（Q&A:28 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）、校正の方法・頻度を規定する。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収載を行う。また、迅速測定器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③を参照の上、校正を実施する。迅速測定器（成分・体細胞数）の日常点検は、内部精度管理用パイロットサンプルを午

コメント [lohta2]:
認証規程別表3「検査（試薬管理）」の改定による

前と午後の検査開始時に測定し、許容範囲からの逸脱がないことを確認する。但し、下記の内部精度管理において、日常点検と同時に内部精度管理を実施する場合には日常点検を省略することができる。(Q&A:29 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

【自己評価の禁止】

区分責任者等のパイロットサンプル管理者が内部精度管理の測定を実施する場合にあっても自己評価を行わず、他の区分責任者または代行者が許容範囲内であることを確認する。(Q&A:9 及び 10 参照)

コメント [lohta3]:

自己評価は責任者であっても×

【生乳検査施設（生乳の検体採取及び検査を実施する施設）】

検査員・検査法（機器・試薬等を含む）の評価及び検査結果に対する品質保証を目的に実施し、検査項目毎に内部精度管理の方法・頻度及び記録の方法を定める。

また、検体の搬送がある場合にあつては、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。

【生乳検査施設（生乳の検査のみを実施する施設）】

検査員・検査法（機器・試薬等を含む）の評価及び検査結果に対する品質保証を目的に実施し、検査項目毎に内部精度管理の方法・頻度及び記録の方法を定める。

また、検体採取組織と連携して、検体の搬送状態について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:2 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、検体の搬送状態について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:2 参照)

・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。使用期限は、約2週間程度であるため、期限直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な場合においても、校正用のバックアップ試料としても利用可能である。(調製に用いる生乳の品質が異なるため、最低でも使用期限を調製から10日以上とすること)

また、検査日単位で標準法による同等性確認を行う場合には、上記のパイロットサンプルの代わりに、検査当日の標準法測定済み試料をパイロットサンプルとして使用することができる。但し、実施する標準法は外部精度管理調査等に必ず参加し、外部評価を受けることとする。

(参考資料④ Q&A:17 参照)

・内部精度管理用パイロットサンプル測定の頻度

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、内部精度管理用パイロットサンプルの測定を実施する。

迅速測定器を検査法に採用している場合、再検査が可能な範囲内の検体毎に内部精度管理用パイロットサンプルの測定を実施する。また検査を中断し、再度検査を行う開始前・検査終了後、または検査結果に影響を与える可能性がある異常時に内部精度管理用パイロットサンプルの測定を実施する。

また、検体の搬送状態の内部精度管理については1回/年以上実施する。なお、実施にあたっては、必ず夏期における実施を含むこと。(Q&A:18 参照)

- ・内部精度管理の評価、異常時の原因究明・改善措置
内部精度管理用パイロットサンプルの測定値が許容範囲から逸脱しないことを確認し、逸脱が認められる場合には直ちに検査を中止し、原因究明、改善措置を講じた後、検査を再開する。これらの内容については「信頼性確保部門責任者」が評価を行う。(参考資料⑤参照)

- ・内部精度管理の許容範囲
成分(絶対値評価)
乳脂肪分 $\pm 0.05\%$ 以内 全乳固形分(無脂乳固形分) $\pm 0.04\%$ 以内

体細胞数(相対値評価:迅速測定機のみ対象、ブリード法は対象外)
体細胞 $\pm 10\%$ 以内(30万/ml以下の場合は「 ± 3 万/ml」とする)

コメント [lohta4]:
認証規程第二章の第3条の改定による

- 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、外部精度管理調査への参加は、「信頼性確保部門責任者」または「指定者」が申し込み、結果の報告及び評価を行う。(Q&A:19・20 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)
成分(絶対値評価)
① 標準法(変法を含む)及びマイクロ波法
日常検査を標準法等で実施している場合
乳脂肪分 $\pm 0.05\%$ 以内 全乳固形分(無脂乳固形分) $\pm 0.04\%$ 以内

コメント [lohta5]:
認証規程第二章の第4条の改定による

- ② 赤外分光多成分測定装置
日常検査を赤外分光多成分測定装置で実施している場合
乳脂肪分 $\pm 0.05\%$ 以内 無脂乳固形分 $\pm 0.07\%$ 以内
(タンパク質 $\pm 0.03\%$ 乳糖 $\pm 0.04\%$)

コメント [lohta6]:
認証規程第二章の第4条の改定による

体細胞(相対値評価:迅速測定機のみ対象、ブリード法は対象外)
体細胞数 $\pm 10\%$ (30万/ml以下の場合は「 ± 3 万/ml」とする)

コメント [lohta7]:
認証規程第二章の第4条の改定による

- 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」に組織内及び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、研修の実施及び外部研修受講があった場合には、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の記録方法について規定する。
(Q&A:21 参照)

- 11) 内部点検
「信頼性確保部門責任者」または「指定者」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、点検内容について記録するとともに、問題がある場合には、「指定者」または「生乳検査部門責任者」「検体採取部門責任者」

に指摘事項を文書により伝達し、改善措置後に再度指摘を行った内容について内部点検を実施する。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。また、「信頼性確保部門責任者」は、「区分責任者」「検査員」及び「検体採取者」の指定にあたり、資格要件を満たすことを確認する。

なお、外部精度管理調査は参加ごとに内部点検を行い、内部精度管理は1回/月以上の頻度で内部点検を行う。(参考資料⑥ Q&A:22・23・26 参照)

(参考資料①-1)

組織・施設の定義

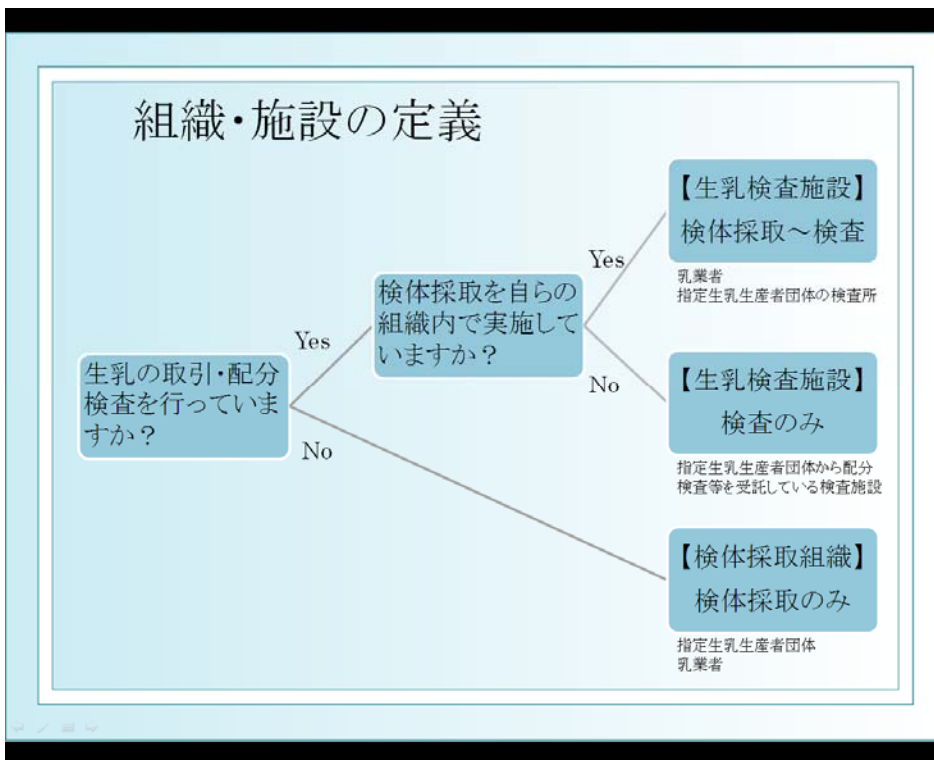
【生乳検査施設】

生乳の取引・配分検査を実施している乳業者の検査施設、指定生乳生産者団体の検査所及び指定生乳生産者団体から配分検査等を受託している検査施設が対象となる。

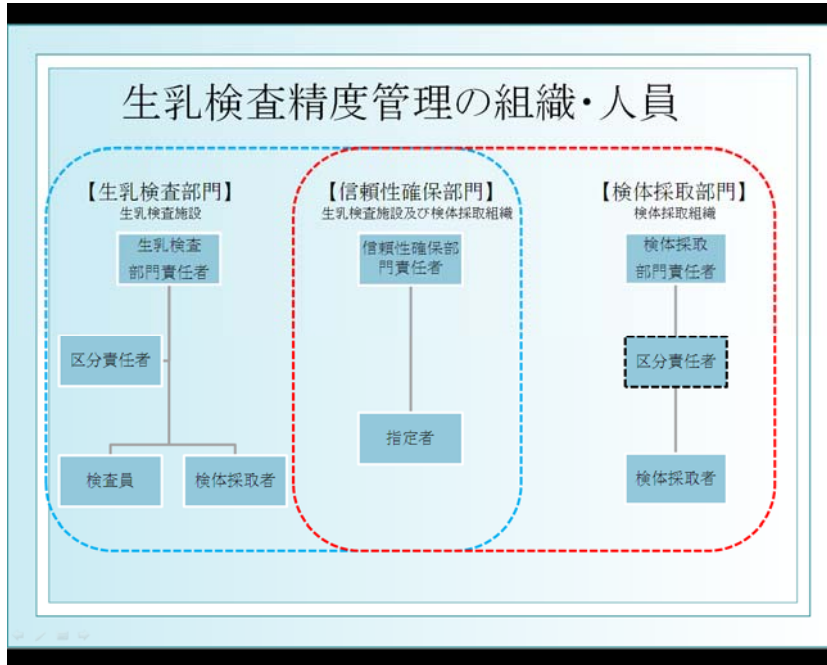
【検体採取組織】

生乳の集乳・配送・試料採取の責任を有している組織のうち、他者に検査を委託している組織が対象となる。

※指定生乳生産者団体から配分検査等を受託している検査施設は、検体採取組織と連携した精度管理が必要



(参考資料①-2)



(参考資料①-3)

生乳検査精度管理の組織・人員 ～組織人員の資格要件～

部 門	人 員	資格要件	備 考
信頼性確保部門	責任者	管理職以上	他部門との兼務は不可
	指定者	なし	
生乳検査部門	責任者	管理職以上	他部門、検査員及び検体採取者との兼務は不可
	区分責任者	検査員と同等以上の能力	
	検査員	教育訓練を受けた職員または相当する職員で1年以上の実務経験があること。	
検体採取部門	検体採取者	教育訓練を受けた者で、部門責任者が検体の取扱いを理解し、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認められた者	他部門との兼務は不可
	責任者	管理職以上	
	区分責任者	検体採取者と同等以上の能力	
	検体採取者	教育訓練を受けた者で、部門責任者が検体の取扱いを理解し、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認められた者	他部門との兼務は不可

(参考資料②)

標準作業書の種類及び定める内容

	名称例	定める内容
文書の取扱い	文書取扱い標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> 標準作業書を作成・更新する際の手続き方法 標準作業書の保管（信頼性確保部門責任者）及び写しの管理方法（最新版の標準作業書が検査現場で使用されることを担保する目的） 指示・報告・改善措置に係る手続きの方法 改訂履歴（旧標準作業書を3年間保管） 記録すべき事項 すべての記録の保存期間は3年間
組織（職務分掌）	生乳検査に係る職務分掌	<ul style="list-style-type: none"> 組織図を作成し担当者名及び役職を明記する。 責任者、指定者、区分責任者、検査員及び検体採取者等が行う業務の範囲 責任者、指定者、区分責任者が不在の際に業務代行を行う者（但し、パイロットサンプルの管理等を検査員が代行する場合は、自己評価となり客観性が担保できないため、代行者の選定は慎重に行なう必要がある） 指定者及び区分責任者を複数任命する場合は、担当する施設区分等 記録すべき事項
検査 （検体採取・搬送・取扱い）	検体取扱い標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> 検体採取者が行う検体採取方法 検体採取場所と検査室が同一の敷地内でない場合は検体の搬送条件（輸送温度・検体採取から検査着手までの時間等） 検査前後の検体の保管・廃棄方法 記録すべき事項
検査（検査法）	生乳検査実施標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> 検査員が行なう検査法（乳脂肪分・無脂乳固形分・体細胞のうち、実際に検査を実施しているものが対象。但し、体細胞数のブリード法は対象としない。） トレーサビリティ確保のための検査経過の記録方法（記録すべき事項） 採用する検査法が標準法（法令に規定される方法及び生乳検査精度管理委員会が定める方法）以外の場合は標準法との同等性評価を行った内容
検査（試薬管理）	試薬管理標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> 検査に使用する試薬等について、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：但し、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」を表示する）。 記録すべき事項
検査（一般機器管理）	機械器具管理標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> 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）の内容及び頻度 記録すべき事項
検査（迅速測定器）	赤外分光多成分測定装置管理手順書 蛍光光学式体細胞測定装置管理手順書	<ul style="list-style-type: none"> 赤外分光多成分測定装置等の日常点検（使用時点検）、定期点検、異常時点検（機器の故障）、校正の内容及び頻度 記録すべき事項

コメント [lohta8]:
認証規程別表3「文書の取扱い」の改定による

コメント [lohta9]:
認証規程別表3「文書の取扱い」の改定による

コメント [lohta10]:
認証規程別表3「検査（試薬管理）」の改定による

精度管理（内部精度管理）	内部精度管理標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> ・検査項目ごとの内部精度管理の方法・頻度及び記録方法 ・パイロットサンプル（生乳仕様）の調製法及び使用期限 ・パイロットサンプルの新人教育頻度（再検査が可能な間隔で導入するのが原則） ・パイロットサンプルの測定値が許容範囲から逸脱しないことを確認し、逸脱が認められる場合は直ちに検査を中止し、原因究明、改善措置を講じ、検査を再開する旨の取り決め ・内部精度管理の実施状況を信頼性確保部門が定期的に評価する（頻度は1回／月） ・記録すべき事項
精度管理（外部精度管理）	外部精度管理標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> ・（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信頼性確保部門の評価や許容範囲逸脱時の改善措置 ・外部精度管理調査は、信頼性確保部門定が参加申し込み、結果の報告等を行なう旨 ・記録すべき事項
教育訓練	教育訓練標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> ・信頼性確保部門責任者が、「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」に組織内及び外部の研修会に参加させる旨 ・研修を行った際の記録すべき事項 ・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旨 ・検査員の導入教育訓練については、内部精度管理と並行した評価を行う旨 ・検査員、検体採取者の新人教育訓練についての内容
内部点検	内部点検標準作業書	<ul style="list-style-type: none"> ・信頼性確保部門が上記すべての標準作業書に従って、検査業務が行われているかを定期的に点検する旨 （内部精度管理：1回／月 外部精度管理：開催毎等） ・随時及び異常時（事故等）の点検方法 ・改善措置後の評価 ・記録すべき事項
その他	記録簿等様式集	上記すべての標準作業書に対応した記録簿様式集

(参考資料③)

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%

α 値＝全乳固形分（12.54）－乳脂肪分（3.83）－タンパク質（3.23）－乳糖（4.52）＝0.96

α 値の誤差＝1.00－0.96＝0.04

乳糖補正值＝4.52－0.04＝4.48

[乳糖補正值＝全乳固形分（12.54）－乳脂肪分（3.83）－タンパク質（3.23）－ α 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%

※標準法の無脂乳固形分＝全乳固形分－乳脂肪分＝8.71%

標準法の無脂乳固形分（8.71）＝タンパク質（3.23）＋乳糖補正值（4.48）＋ α 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④)

【生乳によるパイロットサンプルの調製例】

〈原料生乳〉

- ① 個体乳や乳量の少ないバルク乳は避け、5t 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、蓋付容器にロー杯まで[※]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 30～100ml 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とう便利である。
- 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)。(Q&A:25 参照)

〈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ー杯まで[※]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・タンパク質・乳糖・全固形分・無脂乳固形分については 3 回以上測定の前平均値が ±0.02% 以内であること、体細胞については ±25,000/ml であることを確認する。

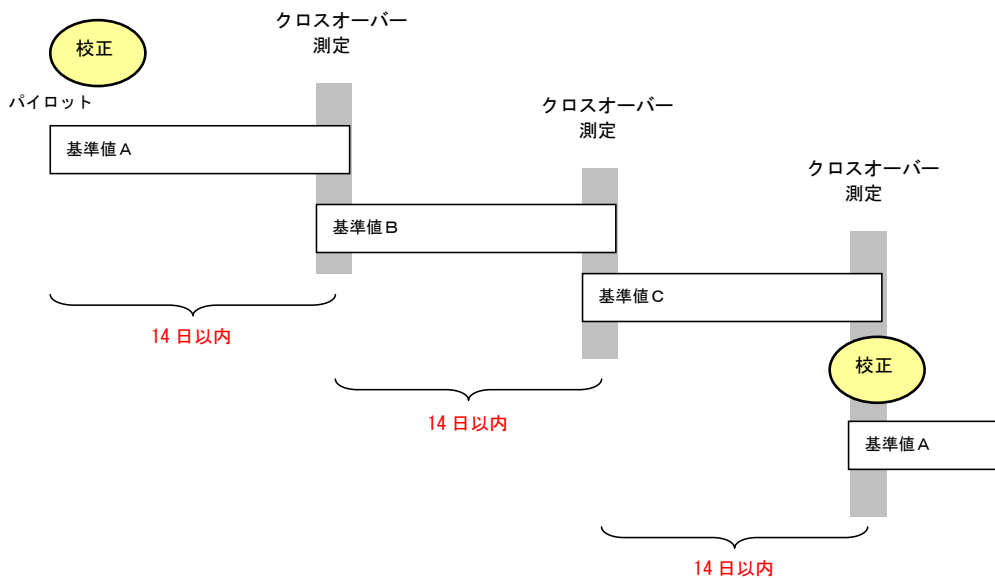
- ② 上記範囲から外れている場合には、作製した試料は全て破棄し、新たに調製し直すこと。この際、決して再度混合し分注をやり直してはならない。

〈基準値の設定〉

作製した生乳パイロットサンプルは冷蔵保存で **14 日以内** (使用期限を設定する) に使用すること。このため、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生乳パイロットサンプルを測定し、この時の測定値を基準値 A とする。
- ② 使用期限内に次の生乳パイロットサンプルを新たに調製する。
- ③ 旧生乳パイロットサンプルが基準値 A の誤差許容範囲内 (精度管理マニュアル規定) であることを確認する。
- ④ 新生乳パイロットサンプルを測定し、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 使用期限内に次の生乳パイロットサンプルを新たに調製し、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パイロットサンプルの調製は、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生乳パイロットサンプルはすぐに廃棄し、取り違いを生じないようにすること。
- ⑧ 基準値 A の設定が以後の生乳パイロットサンプル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。

【生乳パイロットサンプルのクロスオーバー調製例】



(参考資料⑤)

内部精度管理の評価例

・ \bar{x} -R 管理図

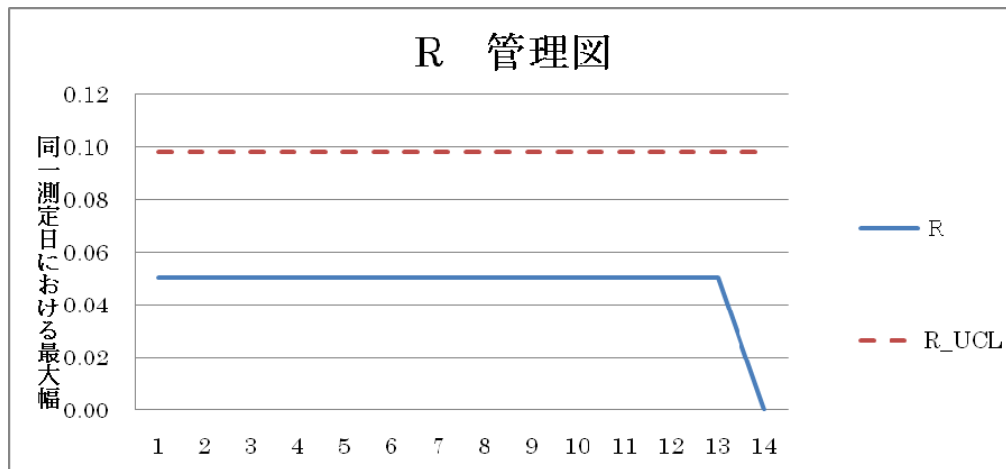
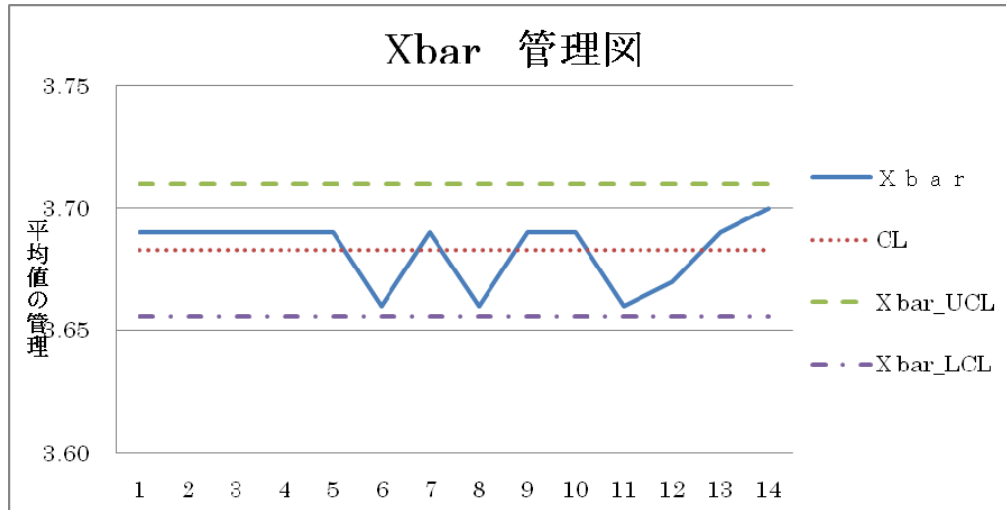
管理限界係数表

試料数 n	A2	D3	D4	
2	1.88		3.27	\bar{x} -R 管理図の上方管理限界 UCL (\bar{x}) = \bar{x} の平均 + A2 · R の平均
3	1.02		2.58	
4	0.73		2.28	\bar{x} -R 管理図の下方管理限界 LCL (\bar{x}) = \bar{x} の平均 - A2 · R の平均
5	0.58		2.11	
6	0.48		2	
7	0.42	0.08	1.92	R 管理図の上方管理限界 UCL (R) = D4 · R の平均
8	0.37	0.14	1.86	
9	0.34	0.18	1.82	
10	0.31	0.22	1.78	

管理限界係数	A2	D3	D4
	0.58	0	2.11

試料数n	5
------	---

日	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	Xbar	Rs	R	Min	Max	CL	x bar管理図		R管理図		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均
												上方管理限界	下方管理限界	上方管理限界	下方管理限界						
												Xbar_UCL	Xbar_LCL	R_UCL	R_LCL						
1	3.70	3.70	3.70	3.70	3.65	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.00	0.00	0.00	0.05	0.01
2	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.05	0.05	0.03
3	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.00	0.00	0.05	0.05	0.02
4	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.00	0.00	0.05	0.05	0.02
5	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.00	0.00	0.05	0.05	0.02
6	3.65	3.65	3.65	3.70	3.65	3.66	0.03	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.05	0.05	0.03
7	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.03	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.05	0.05	0.03
8	3.65	3.65	3.70	3.65	3.65	3.66	0.03	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.05	0.05	0.00	0.03
9	3.70	3.70	3.70	3.70	3.65	3.69	0.03	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.00	0.05	0.02
10	3.65	3.70	3.70	3.70	3.70	3.69	0.00	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.05	0.00	0.00	0.00	0.01
11	3.65	3.65	3.65	3.70	3.65	3.66	0.03	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.05	0.05	0.03
12	3.70	3.65	3.70	3.65	3.65	3.67	0.01	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.05	0.05	0.05	0.00	0.04
13	3.70	3.70	3.70	3.65	3.70	3.69	0.02	0.05	3.65	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.05	0.00	0.00	0.05	0.05	0.03
14	3.70	3.70	3.70	3.70	3.70	3.70	0.01	0.00	3.70	3.70	3.6829	3.7098	3.6559	0.0980	0.0000	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
						計	51.56	0.1900	0.6500												
						平均	3.68	0.0136	0.0464												



(参考資料⑥)

内部点検の頻度設定例

内部点検の格付け表①

リスク	低	中	高
文書取扱い		○	
組織（職務分掌）	○		
検査（検体採取・検体搬送・検体取扱い）			○
検査（検査法）			○
検査（試薬管理）			○
検査（一般機器管理）			○
検査（迅速測定器）			○
内部精度管理			○
外部精度管理			○
教育訓練		○	

点検の категорияによりリスクを三段階に評価

内部点検の格付け表②

格付け	Minor（軽微）	Major（重大）	Serious（深刻）	Critical（危機的）
	最小～最大			
A	0～6	0～5	0	0
B	7以上	6～10	1～2	0
C		11以上	3～4	0
D			5以上	0
E				1以上

検証や内部点検の際に改善指示のあった指摘件数及び内部精度管理用パイロットサンプルの許容範囲への影響を軽微（測定値に影響を与えない）・重大（測定値に影響を与えるが許容範囲内）・深刻（測定値に影響を与え、許容範囲を逸脱する）・危機的（測定が行えない状態）の四段階で評価し、格付けA～Eを求める。（格付けEはすべての検査業務を停止し、抜本的な見直しが必要）

内部点検の格付け表③

リスク	A	B	C	D
低	1回/年	1回/6ヶ月	1回/4ヶ月	1回/2ヶ月
中	1回/5ヶ月	1回/3ヶ月	1回/6週間	1回/1ヶ月
高	1回/4ヶ月	1回/2ヶ月	1回/1ヶ月	1回/2週間

内部点検の格付け表①及び②の評価から点検頻度を設定