



THE GLOBAL STANDARD  
FOR LIVESTOCK DATA

## **Część 12 – Wytyczne dot. analiz mleka**

Wersja: styczeń 2019

Oficjalna, zatwierdzona przez ICAR, jest wyłącznie wersja angielska Wytycznych dostępna [tutaj](#) .

# Spis treści

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 1     | Obszar zastosowania .....  | 4  |
| 2     | Metody referencyjne.....   | 4  |
| 3     | Metody rutynowe (instrumentalne) .....   | 5  |
| 4     | Szczególne zalecenia dot. próbek mleka DHI .....   | 5  |
| 4.1   | Butelki.....   | 5  |
| 4.2   | Konserwanty.....   | 5  |
| 5     | Kontrola jakości laboratoriów DHI .....  | 6  |
| 5.1   | Kontrola jakości metod referencyjnych.....   | 6  |
| 5.1.1 | Kontrola zewnętrzna .....  | 7  |
| 5.1.2 | Kontrola wewnętrzna .....  | 7  |
| 5.2   | Kontrola jakości metod rutynowych .....  | 8  |
| 5.2.1 | Kontrola zewnętrzna .....  | 8  |
| 5.2.2 | Kontrola wewnętrzna .....  | 9  |
| 6     | Wymagania dotyczące kontroli jakości badań i narzędzi zapewnienia jakości .....            | 9  |
| 6.1   | Międzylaboratoryjne badania biegłości .....  | 9  |
| 6.2   | Materiały odniesienia .....  | 10 |
| 6.3   | Wybór dostawcy usługi Zapewnienia Jakości Badań (AQA) .....                                | 10 |
| 7     | Załącznik 1.Zalecenia dotyczące kontroli jakości badań w laboratoriach badania mleka ..... | 11 |
| 7.1   | Składniki i częstotliwość .....  | 11 |
| 7.2   | Częstotliwości i granice metod rutynowych.....   | 11 |
| 7.3   | Kontrola .....   | 13 |
| 8     | Załącznik 2. Metody .....  | 16 |
| 8.1   | Międzynarodowe metody referencyjne.....  | 16 |
| 8.2   | Wtórne międzynarodowe metody referencyjne.....   | 17 |
| 8.3   | Standaryzowane metody rutynowe .....   | 17 |

## Tabele

|  |    |
|--|----|
| Tabela 1. Składniki kontroli jakości i zalecane częstotliwości ..... | 11 |
| Tabela 2. Częstotliwości i granice kontroli metod rutynowych .....   | 12 |
| Tabela 3. Międzynarodowe metody referencyjne.....                    | 16 |
| Tabela 4. Inne metody (metody wtórne).....                           | 17 |
| Tabela 5. Standaryzowane metody rutynowe .....                       | 17 |

# Change Summary

| <b>Date of Change</b> | <b>Nature of Change</b>   |
|-----------------------|---|
| August 17             | Reformatted using new template.   |
| August 17             | Table of contents added.  |
| August 17             | Heading numbers and heading text edited for clarity and removal of redundant text.        |
| August 17             | Captions added to all tables. Tables added to table of contents.                          |
| August 17             | Cross references updated and automated.   |
| August 17             | Stopped Track change sand accepted all previous changes.                                  |
| August 17             | Moved the file to the new template (v2017_08_29).   |
| Sept. 17              | Corrections to tables 1 and 2 in Section 7, from Gavin Scott (12 <sup>TH</sup> Sept, 17). |
| Oct. 2017             | Hyperlinks have been corrected as well as the date of the version                         |
| August 2018           | Revision and update of the whole text by ICAR Milk Analysis Sub-Committee.                |
| September 2018        | Approved by ICAR Board with insertion of reference to Section 11 in chapter 4.            |
| October 2018          | Prepared for consideration by ICAR General Assembly.                                      |
| December 2018         | Minor formatting of Table 2 to improve readability and finalised for publication.         |
| January 2019          | Add link to Procedure 1 in chapter 3 Routine (instrumental) Methods.                      |
| April 2020            | The word “Approval” has been replaced by the word “Certified”                             |

## 1 Obszar zastosowania

Niniejsze wytyczne odnoszą się do metod określania zawartości tłuszczu, białka, laktozy, mocznika i komórek somatycznych w mleku krowim, kozim i owczym. Próbkę mleka są w większości przypadków konserwowane przez dodanie substancji chemicznych. Należy to uwzględnić w procedurach. Wytyczne określają:

- a. Autoryzowane metody referencyjne.
- b. Działanie sprawdzonych metod rutynowych.
- c. Zalecenia dotyczące kontrolowania jakości próbek.
- d. Zalecenia dotyczące kontroli jakości badań.

## 2 Metody referencyjne

Określenie „metody referencyjne” odnosi się do metod używanych do kalibracji metod rutynowych.

Metody referencyjne są to standaryzowane metody międzynarodowe (np. metody ISO, IDF, AOAC); jakkolwiek dopuszczalne są rozwiązania wypracowane (zobacz uwagę poniżej). Lista metod referencyjnych znajduje się w rozdziale 8 (Załącznik 2. Metody) poniżej.

### **Uwaga: Przeniesienia wartości odniesienia**

- a. Mogą zostać zastosowane metody szybkiej oceny chemicznej (*Rapid chemical methods* - metoda określania jakości) zamiast bardziej czasochłonnej metody referencyjnej o ile wyniki okażą się odpowiednikami wyników otrzymanych przez zastosowanie metod referencyjnych (np. metody Gerbera na określenie zawartości tłuszczu, Amido Black na zawartość białka, metody enzymatycznej dla laktozy).
- b. W przypadku systemu ze scentralizowaną kalibracją można używać aparatury wzorcowej w celu wytworzenia "wartości odniesienia" dla innych przyrządów i dla innych laboratoriów. Dla celów kalibracji wartości uzyskane metodą instrumentalną można uznać za równoważne wartościom metody stosowanej jako referencyjna. Zastosowanie scentralizowanej koncepcji kalibracji musi uwzględniać wrażliwość metod rutynowych na wyniki wzorcowe (skład mleka).

### **3 Metody rutynowe (instrumentalne)**

Metody rutynowe powinny być metodami, które pasują do celu na podstawie oceny przeprowadzonej przez laboratorium eksperckie i posługujące się standaryzowanym protokołem, lub metodami certyfikowanymi przez ICAR na poziomie międzynarodowym. Z tego względu warunki i procedury oceny, jak również wymagania uzyskania aprobaty ICAR, są zdefiniowane w standardowym protokole certyfikowanym przez ICAR (Procedura 1, Części 12 Wytycznych ICAR - [jak tutaj](#) „*Protokół oceny urządzeń analitycznych do mleka na potrzeby zatwierdzenia przez ICAR*”) jako właściwym dla oceny użytkowości mlecznej.

### **4 Szczególne zalecenia dotyczące kontroli jakości próbek mleka DHI** *(od tłumacza: na potrzeby doskonalenia stad mlecznych)*

W [Części 11](#) Wytycznych znajdują się wytyczne dotyczące urządzeń do pobierania próbek mleka i wielkości próbek.

Jakość próbki jest pierwszym głównym wymogiem dla uzyskania prawdziwego wyniku badań. Próbki dobrej jakości są wstępnym warunkiem do ustalenia, czy spełnione są wymagania jakości badań analitycznych.

#### **4.1 Butelki**

Zgodnie z ogólnymi zasadami fiolki i korki muszą być odpowiednie do tego celu (zabezpieczać przed rozlaniem i uszkodzeniem podczas przekazywania do laboratorium). Na przykład zbyt wiele pustej przestrzeni w butelce może spowodować wzburzenie mleka w czasie transportu, szczególnie mleka niesłodzonego. Za mało przestrzeni nad poziomem mleka w butelce może sprawiać trudności w mieszaniu. Nieszczelne korki mogą wpłynąć na zmianę zawartości tłuszczu w mleku.

#### **4.2 Konserwanty**

Konserwowanie ocenianych próbek mleka za pomocą substancji chemicznych powinno:

- a. Zachować fizyczne i chemiczne właściwości mleka w okresie od pobrania próbek do czasu analizy, w warunkach lokalnej temperatury i transportu.

- b. Nie przeszkadzać w wykonaniu analiz metodami referencyjnymi, kiedy laboratorium ma możliwość przeprowadzenia analizy porównawczej.
- c. Nie wpływać na wyniki analizy metodami referencyjnymi oraz nie wpływać, lub wpływać w sposób ograniczony ale stały, na metodę referencyjną i rutynowe odpowiedzi na metody. Ograniczony ale stały wpływ można zrekompensować poprzez kalibrację i/lub zastosowanie stałej poprawki.
- d. Nie mieć szkodliwego wpływu na personel DHI i laboratorium zgodnie z lokalnymi przepisami ochrony zdrowia i bezpieczeństwa.
- e. Nie mieć szkodliwego wpływu na środowisko zgodnie z lokalnymi przepisami ochrony środowiska.

### **Uwagi**

- a. Konserwowaniu próbek sprzyja używanie czystego sprzętu do doju i pobierania próbek, przechowywanie próbek w niskich temperaturach przez określony czas przy minimum obsługi.
- b. Odpowiednie konserwanty są wymienione w normach z wytycznymi (ISO 9622 | IDF 141 i ISO 13366 | IDF 148). Jednakże należy zadbać o:
  - rozcieńczalnik konserwantów: w zależności od rozcieńczalnika – głównie sole – można zaobserwować różne efekty dla stosowanych form, jeśli nie istnieją w czystej postaci (przypadek potasu dwubarwnego i bronopolu w mleku podczas badania za pomocą spektrometrii podczerwieni);
  - niektóre barwniki użyte jako wskaźnik koloru mogą ingerować w materiał wzorcowy (pochłanianie światła lub łączenie się koloru z DNA). Dokładność wrażliwości metody może zostać zredukowana. Takich barwników należy unikać.

## **5 Kontrola jakości w laboratoriach DHI**

### **5.1 Kontrola jakości metod referencyjnych**

Każdy błąd systemowy metody referencyjnej prowadzi do ogólnego błędu systemowego w wynikach rutynowych. Ten rodzaj błędu może istnieć między

laboratoriami w kraju (lub organizacji) oraz między krajami współdziałającymi w ramach współpracy międzynarodowej, jak np. ICAR, uzasadniając prowadzenie oceny na obu poziomach, krajowym i międzynarodowym.

### **5.1.1 Kontrola zewnętrzna**

Każde laboratorium DHI powinno uczestniczyć w programie lub w inny sposób być powiązane z programem międzylaboratoryjnych badań biegłości (IPT - *interlaboratory proficiency testing*). Preferuje się organizowanie badania biegłości (PT - *proficiency testing*) przez krajowe laboratorium referencyjne lub główne laboratorium, wyznaczone do tego celu przez krajową organizację DHI. Laboratorium referencyjne zapewnia dokładność badań przez regularne uczestniczenie w międzynarodowych badaniach biegłości.

#### **Uwaga:**

W sytuacjach gdy nie ma wystarczającej ilości laboratoriów do wdrażania krajowego planu badań, laboratorium może dołączyć do planu badań PT organizowanych przez krajowego lub zagranicznego dostawcę badań PT lub krajowego planu badań PT DHI z kraju sąsiedniego.

Minimalna częstotliwość udziału w międzylaboratoryjnych badaniach biegłości powinna wynosić 2 razy w roku.

Krajowe laboratoria referencyjne powinny uczestniczyć w międzynarodowych badaniach biegłości co najmniej dwa razy w roku. Zalecany jest częstszy udział.

Badania te należy zorganizować zgodnie ze standardami międzynarodowymi, lub w przypadku ich braku, z międzynarodowymi wytycznymi lub porozumieniami, jak to wskazano w tym rozdziale.

### **5.1.2 Kontrola wewnętrzna**

Jeśli to możliwe, materiały odniesienia (RMs) powinny być używane do sprawdzania dokładności i stabilności metod referencyjnych przez porównanie z wartościami nominalnymi. Najlepiej byłoby wykorzystywać je, gdy analizy materiałami odniesienia wykonywane są do kalibracji metod rutynowych.

Mogą to być:

- a. Materiały odniesienia z certyfikatem (CRMs - *Certified reference*

- materials*) produkowane przez oficjalnie uznaną organizację.
- b. Wtórne materiały odniesienia (SMRs - *Secondary reference materials*) przygotowane przez dostawcę zewnętrznego.
  - c. Materiały odniesienia na użytek wewnętrzny (IRMs - *In-house reference materials*) przygotowane przez samo laboratorium, gdy dokładność jest ustalona za pomocą CRMs, SRMs oraz wewnątrz laboratoryjnych badań biegłości.

Niezależnie od wyboru dokonanego przez laboratorium, CRMs i SMRs muszą być wytwarzane i dostarczane w warunkach gwarantujących jakość i zgodnie z międzynarodowymi standardami, lub w przypadku ich braku, zgodnie z międzynarodowymi wytycznymi lub uzgodnieniami, jak wskazano w punkcie 5.1.1 powyżej.

## **5.2 Kontrola jakości metod rutynowych**

Rutynowe metody dostarczają wyniki faktycznie wykorzystywane do celów DHI i dlatego musi być sprawdzona ich spójność.

W tym celu należy odnieść się do normy ISO 8196-2 | IDF 128-2.

### **5.2.1 Kontrola zewnętrzna**

Okresowa kontrola dokładności musi być przeprowadzana przez krajowe laboratorium eksperckie, albo przez indywidualną kontrolę zewnętrzną (IEC - *individual external control*), przez porównanie metod rutynowych do analizy referencyjnej próbek reprezentatywnych dla laboratorium z danego obszaru, albo przez udział w międzynarodowym, międzylaboratoryjnym badaniu biegłości, jeśli jednoznacznie wykazano, że można użyć dla wszystkich laboratoriów jednego wzorca kalibracyjnego. W innych przypadkach zastosowanie mają zalecenia z punktu 5.1.1 powyżej. Zaleca się kontrole co najmniej 2 razy w roku.

Głównymi parametrami podlegającym kontroli jest powtarzalność i zgodność kalibracji. Zależnie od schematu badań można oceniać dodatkowo takie aspekty jak konserwowanie próbek oraz takie parametry aparatury jak liniowość, korekty wewnętrzne (modele kalibracji oparte na wieloczynnikowej regresji liniowej (MLR)) oraz odtwarzalność wewnątrzlaboratoryjna.



### 5.2.2 Kontrola wewnętrzna

Bez względu na rodzaj parametrów, wewnętrzna kontrola jakości metod rutynowych musi być prowadzona podczas rutynowych badań w laboratorium.

Generalnie norma ISO 8196 | IDF 128 nie określa granic dla każdej metody i/lub składnika mleka. W związku z tym należy zastosować specjalne normy tam, gdzie one istnieją:

- a. Tłuszcz, białko, laktoza i mocznik (spektrometria podczerwieni): ISO 9622 | IDF 141.
- b. Liczba komórek somatycznych: ISO 13366-2 | IDF 148-2.

Przygotowanie próbek kontrolnych lub pilotażowych wykorzystywanych do monitorowania stabilności aparatury, powinno być wykonane w warunkach zapewnienia jakości (np. kontrola jakości jednorodności i stabilności próbki), odnoszącej się do właściwych wskazań norm międzynarodowych/wytycznych dla materiałów odniesienia.

Zgodnie z ISO 8196 | IDF 128, główne sprawdzenia w zakresie kontroli jakości to:

- a. Powtarzalność.
- b. Codzienna i krótkoterminowa stabilność aparatury.
- c. Kalibracja.

Ponadto we właściwych normach zalecane są kontrole związane z aparaturą:

- a. Błąd przeniesienia (wszystkie metody).
- b. Liniowość (wszystkie metody).
- c. Ustawienie zerowe (wszystkie metody).
- d. Korekty wewnętrzne (dla modeli kalibracji opartych na MLR).
- e. Jednorodność (podczerwień).

Zaleca się spełnienie wymogów odnośnie częstotliwości i granic podanych w punkcie 7 poniżej.

## 6 Wymagania dotyczące kontroli jakości badań i narzędzi zapewnienia jakości

### 6.1 Międzylaboratoryjne badania biegłości

Międzylaboratoryjne badania biegłości są organizowane w warunkach zapewnienia jakości, zgodnie ze standardami międzynarodowymi, a w przypadku ich braku, z wytycznymi międzynarodowymi i porozumieniami:

- a. ISO 17043.
- b. ILAC-G13.
- c. International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (Biuletyn IDF 342:1999)
- d. Norma ISO 13528.

## **6.2 Materiały odniesienia**

Materiały odniesienia używane do celów oceny użytkowości mlecznej muszą być produkowane w warunkach zapewnienia jakości, zgodnie z normami międzynarodowymi, a w przypadku ich braku, międzynarodowymi wytycznymi lub uzgodnieniami:

- a. ISO 17034.
- b. ILAC-G9.
- c. ILAC-G12.

## **6.3 Wybór dostawcy usługi Zapewnienia Jakości Badań (AQA)**

Wybór dostawcy usługi Zapewnienia Jakości Badań (AQA) – np. badań biegłości i materiałów odniesienia – przez laboratoria oceny użytkowości mlecznej powinien być dokonany w ścisłej relacji z całym systemem Zapewnienia Jakości Badań Oceny Użytkowości Mlecznej (DHI AQA).

Dostawcy usług powinni działać w warunkach zapewnienia jakości i być w stanie ją udokumentować.

Dostawcy usług powinni okresowo poddać się niezależnemu audytowi, np. przez stronę trzecią w celu porównania z jego systemem gwarancji jakości (QA).

Audyty te mogą być przeprowadzone przez akredytowanych rzeczoznawców, komisje reprezentujące użytkowników, ekspertów działających w imieniu krajowej organizacji oceny użytkowości mlecznej, dających gwarancje kompetencji i niezależności, oraz że audytorzy działają zgodnie z zaleceniami ISO i ILAC.

## 7 Załącznik 1. Zalecenia dotyczące kontroli jakości badań w laboratoriach badania mleka

Oczekuje się, że spełnienie poniższych wymagań zapewni minimalny poziom jakości pomiarów analitycznych, jak również możliwość porównania pomiędzy laboratoriami i krajami. Jeśli nie będzie możliwe natychmiastowe zastosowanie poniższego schematu, to należy wziąć go pod uwagę jako cel do osiągnięcia.

### 7.1 Składniki kontroli jakości i zalecana minimalna częstotliwość

Tabela 1. Składniki kontroli jakości i zalecane minimalne częstotliwości

| Kontrola                   | Częstotliwość                                 | Tryb postępowania |
|----------------------------|---|-------------------|
| <b>Metody referencyjne</b> |   |                   |
| - Kontrola zewnętrzna      | Raz na pół roku                               | IPT               |
| - Kontrola wewnętrzna      | Co tydzień (sprawdzenie średniego odchylenia) | CRMs, SRMs. IRMs  |
| <b>Metody rutynowe</b>     |   |                   |
| - Kontrola zewnętrzna      | Raz na pół roku                               | IPT/IEC           |
| - Kontrola wewnętrzna      | (patrz 7.2)                                   | IRMs              |

IPT: Międzylaboratoryjne badania biegłości

CRMs: Materiały Odniesienia z Certyfikatem

IEC: Indywidualna Kontrola Zewnętrzna

SRMs: Materiały Odniesienia przygotowane przez dostawcę z zewnątrz

IRMs: Własne Materiały Odniesienia

### 7.2 Częstotliwość i granice dla metod rutynowych

Częstotliwość i granice ustalone w dalszej części w Tabeli 2 są częściowo zdefiniowane w istniejących normach ISO | IDF lub pochodzą z zawartych w nich zaleceń. Inne wartości są nieobowiązkowe, ponieważ nie są zdefiniowane w normie. Doświadczenie wykaże czy te pozostałe są lub nie są przydatne dla laboratoriów. Przedstawione poniżej w Tabeli 2 granice zaproponowano jako „granice działania” do celów wewnętrznego zarządzania urządzeniami. Należy brać je pod uwagę tylko jako docelowe dla użytkowników i nie stosować do oceny zewnętrznej, w której mogą się pojawić inne, bardziej użyteczne (większe) wartości.

Tabela 2. Minimalne częstotliwości i granice kontroli metod rutynowych

| Sprawdzanie                            | Częstotliwości          | Granice FPL              |     | Granice SCC                               |     |
|--|-------------------------|--------------------------|-----|---|-----|
| <b>Ustawianie Instrumentów</b>         |                         |                          |     |   |     |
| • Homogenizacja                        | Miesięcznie             | ≤1.0% wartości względnej | (a) | nie ma zastosowania                       |     |
| • Błąd przenoszenia                    | Miesięcznie             | ≤ 1% wartości względnej  | (a) | ≤ 2% wartości względnej                   | (b) |
| • Liniowość (krzywa)                   | Kwartalnie              | ≤2% zasięgu              | (a) | ≤ 2% zasięgu                              | (b) |
| • Korekta wewnętrzna                   | Kwartalnie              | +/- 0.02 % jednostek     | (a) | nie ma zastosowania                       |     |
| <b>Kalibracja</b>                      |                         |                          |     |   |     |
| • Średnie odchylenie                   | Tygodniowo              | +/-0.02% jednostek       | (c) | +/- 5% wartości względnej                 | (c) |
| • Slope                                | Miesięcznie             | 1.00+/- 0.03             | (c) | 1.00 +/- 0.05                             | (c) |
| <b>Całkowita dzienna stabilność</b>    |                         |                          |     |   |     |
| • Powtarzalność (sr)                   | Codziennie/ każdy start | 0.014% jednostek         | (a) | 6% wartości względnej dla 150 000 kom/ml  | (b) |
|  |                         |                          |     | 5% wartości względnej dla 300 000 kom/ml  |     |
|  |                         |                          |     | 4% wartości względnej dla 450 000 kom/ml  |     |
|  |                         |                          |     | 3% wartości względnej dla >750 000 kom/ml |     |
| • Dzienna/ krótko-terminowa stabilność | ≥ 3 godziny             | +/-0.05% jednostek       | (c) | +/-10% wartości względnej                 | (c) |
| • Ustawienie zerowe                    | ≥ 4/dzień               | (+/-0.03% jednostek      | (c) | (≤8000 kom/ml)                            | (b) |

(a): Granica wynikająca z ISO 9622 | IDF 141

(b): Granica wynikająca z ISO 13366-2 | IDF 148-2

(c): Granica wskaźnikowa nie jest wartością określoną w powiązaniu z normami międzynarodowymi.

### Uwaga 1:

W przypadku, gdy wartości wyliczone znajdują się poza granicą ale nie różnią się ze statystycznego punktu widzenia, nie jest uzasadnione dostosowanie ustawienia aparatury. Stąd powinny być wybrane lub przygotowane reprezentatywne lub odpowiednie zestawy próbek tak, aby każda wartość odstająca była znacząco różna. Istotne są rodzaj i liczba próbek, liczba powtórzeń i poziom koncentracji.

### **Uwaga 2:**

- a. Mleko o wysokiej zawartości tłuszczu i koncentracji białka (mleko bawole, owcze i specjalnych ras krów i kóz). Z powodu zmiennej zawartości tłuszczu i koncentracji białka rzetelne granice powtarzalności i stabilności krótkoterminowej mogą być określone przez zwielokrotnienie granic dla krów proporcjonalnie do średniego poziomu określonego dla bawołów (lub owiec) w porównaniu do średniego poziomu dla krów.
- b. Mleko kozie: Granice mogą być takie same jak dla mleka krowiego w przypadku podobnej zawartości tłuszczu i białka. W przypadku wyższej zawartości tłuszczu i białka należy postępować jak w punkcie a).

### **Uwaga 3:**

Kryteria są obliczane zgodnie z protokołem ICAR dotyczącym oceny urządzenia do analizy mleka i ISO 8196-3 IDF 128-3, dostępnym [tutaj](#).

## **7.3 Kontrola**

- a. **Kontrola homogenizacji (ma zastosowanie jedynie dla urządzeń IR):** W analizie metodą na podczerwień, naturalna wielkość cząsteczki tłuszczu ma znaczny wpływ na pomiar zawartości tłuszczu, toteż redukuje się ją przez zastosowanie homogenizacji przed dokonaniem pomiaru. Nieefektywna homogenizacja skutkuje niską powtarzalnością i zanikaniem sygnału.
- b. **Kontrola przenoszenia:** W przypadku kolejnych próbek z wyraźnie zróżnicowanymi poziomami zawartości składników, na wynik próbki może mieć wpływ poprzednia próbka mleka np. pewna ilość mleka pozostałego w systemie albo zanieczyszczony przez mieszadło lub rurkę wprowadzającą. W wyniku stałego rozcieńczenia błąd jest proporcjonalny do różnicy stężenia z poprzednią próbką. Całkowity błąd przenoszenia powinien zostać zminimalizowany i we wszystkich przypadkach nie powinien przekraczać określonych granic i można go korygować w rutynowej pracy, stosując współczynniki kompensacji przeniesienia.
- c. **Kontrola liniowości:** Przygotowuje się specjalne zestawy próbek dla całego zakresu koncentracji i sprawdza, czy pomiar instrumentalny jest proporcjonalny do koncentracji mierzonego komponentu. Procent odchylenia można wyliczyć za pomocą równania  $(\text{zasięg obserwowanych pozostałości}) \times 100 / (\text{zasięg poziomu})$ .

- d. **Kontrola korekt wewnętrznych (z modelami kalibracji opartymi na MLR):** Przygotowuje się specjalny zestaw próbek do stworzenia niezależnych zmian w poszczególnych komponentach oraz zweryfikowania, czy jakiś określony komponent nie wpływa znacząco na pomiar innych komponentów. Korekty wewnętrzne ustala się w celu wyrównania naturalnych interakcji spowodowanych niedokładnością metod. Im szerszy jest zasięg koncentracji poprawianego kanału, tym większy jest potencjalny błąd spowodowany niedokładnym dostosowaniem korekty wewnętrznej do poprawianego kanału.
- e. **Kontrola średniego odchylenia:** Reprezentatywnych próbek mleka używa się do sprawdzania ważności kalibracji na poziomie średnim oraz do wykazania czy wystąpiło odchylenie, które może być spowodowane zmianą w składzie mleka lub wzrostem zużycia aparatury.
- f. **Kontrola nachylenia (slope):** Przygotowuje się specjalny zestaw próbek (kalibracyjnych) dla wszystkich poziomów i sprawdza, czy nachylenie mieści się w określonych granicach. W przypadku niewłaściwego wyregulowania poziomu nachylenia, im rozleglejszy jest zakres koncentracji tym większy jest błąd dla wartości skrajnych.
- g. **Powtarzalność:** Kontrola powtarzalności jest najprostszym testem wskazującym, czy aparatura pracuje stabilnie czy nie. Powtarzalność jest oceniana przy uruchamianiu każdego aparatu na podstawie 10-ciokrotnie powtarzanej analizy jednej (kontrolnej) próbki mleka. Podczas rutynowej oceny regularny test może być robiony poprzez powtarzane analizy próbki kontrolnej. Oszacowanie odchylenia standardowego powtarzalności powinno mieścić się w ustalonych granicach.
- h. **Stabilność codzienna i krótko-terminowa:** Każdego dnia i regularnie w czasie dnia roboczego używa się tzw. próbek kontrolnych (lub próbek pilotażowych) stosowanych do sprawdzania urządzeń funkcjonujących na jednym lub na większej liczbie poziomów koncentracji. Zaobserwowane różnice w stosunku do określonych wartości nie powinny przekraczać określonych granic  $\pm L$ . Zaleca się wykonanie kontroli przy użyciu kalkulacji skumulowanego odchylenia dla  $n$  kolejnych różnic, które nie wykraczają poza granice  $\pm L/\sqrt{n}$ , patrz ISO 8196|IDF 128.
- i. **Ustawienie zerowe:** Wymaga się okresowego płukania systemu przepływu i

sprawdzania „wartości zerowej” w celu sprawdzenia pod kątem zanieczyszczeń na ściankach komór pomiarowych oraz/lub (zależnie od aparatury) wykazania każdego zaniku sygnału podstawowego.

## 8 Załącznik 2. Metody

### 8.1 Międzynarodowe metody referencyjne

Tabela 3. Międzynarodowe metody referencyjne

| <b>Tłuszcz</b>  |                                |
|---|--------------------------------|
| Grawimetryczna (Roese-Gottlieb)                       | ISO 1211   IDF 1               |
| Grawimetryczna (zmodyfikowana Mojoniera)              | AOAC 989.05                    |
| <b>Białko surowe (lub całkowite)</b>                  |                                |
| Miareczkowania (Kjeldahla)                            | ISO 8968   IDF 20 część 1 i 3  |
|   | AOAC 991:20                    |
|   | AOAC 991:21                    |
|   | AOAC 991:22                    |
|   | AOAC 991:23                    |
| <b>Kazeina</b>  |                                |
| Miareczkowania (Kjeldahla)                            | ISO 17997   IDF 29 część 1 i 2 |
|   | AOAC 998.05                    |
|   | AOAC 998.06                    |
|   | AOAC 998.07                    |
| <b>Laktoza</b>  |                                |
| HPLC  | ISO 22662 } IDF 198            |
| <b>Mocznik</b>  |                                |
| Metoda zróżnicowanego pH                              | ISO 14637   IDF 195            |
| <b>Liczba komórek somatycznych</b>                    |                                |
| Mikroskopowa bezpośrednia liczba komórek somatycznych | ISO 13366-1   IDF 148-1        |



## 8.2 Wtórne międzynarodowe metody referencyjne

Tabela 4. Wtórne międzynarodowe metody referencyjne

|                               |                     |
|-------------------------------|---------------------|
| <b>Tłuszcz</b>                |                     |
| Metoda butyrometrii (Gerbera) | ISO 19662   IDF 238 |
|                               | AOAC 2000.18        |
| Babcocka                      | AOAC 989.04         |
| <b>Białko</b>                 |                     |
| Barwnikowa (Amido-Black)      | AOAC 975.17         |
| <b>Laktoza</b>                |                     |
| Enzymatyczna                  | ISO 5765   IDF 79   |
|                               | AOAC 984.15         |
| Metoda zróżnicowana pH        | ISO 26462   IDF 214 |

## 8.3 Standaryzowane metody rutynowe

Tabela 5. Standaryzowane metody rutynowe

|  |                         |
|--|-------------------------|
| <b>Tłuszcz</b>                         |                         |
| Automatyczna turbidymetrii I           | AOAC 969.16             |
| Automatyczna turbidymetrii II          | AOAC 973.22             |
| <b>Białko</b>                          |                         |
| Automatyczna, barwnikowa (Amido-Black) | AOAC 975.17             |
| <b>Tłuszcz-białko-laktoza-mocznik</b>  |                         |
| Spektrometryczna na podczerwień (MIR)  | ISO 9622   IDF 141      |
|  | AOAC 972.16             |
| <b>Liczba komórek somatycznych</b>     |                         |
| Metody fluoro-opto-elektroniczne       | ISO 13366-2   IDF 148-2 |
|  | AOAC 987.26             |