THE GLOBAL STANDARD
FOR LIVESTOCK DATA

Część 12 - Ocena urządzeń do analizy mleka pod kątem certyfikacji ICAR

Wersja wrzesień 2025 r.

Spis treści

1. Protokół z oceny urządzeń do analizy mleka w celu przyznania certyfikatu ICAR.....4
2. Ogólny przegląd dotyczący oceny urządzeń do analizy mleka 5
3. Terminy i definicje 7
3.1 Materiał odniesienia 7
3.2 Metody alternatywne 8
3.3 Inne definicje.....8
4. Procedura składania wniosku do ICAR dot. weryfikacji aparatury do analizy mleka oraz zatwierdzanie przez ICAR wyników uzyskanych przy użyciu takiej aparatury 11
5. Weryfikacja systemów do analizy mleka (pod kątem kryteriów zastosowania w ocenie użytkowości mlecznej).....13
5.1 Laboratoryjne system analizatorów i stacjonarne gospodarskie systemy analizatorów.....13
5.2 System analizatorów liniowych stosowanych w gospodarstwach rolnych 19
1.2.2 Cechy użytkowe poddane ocenie.....19
6. Weryfikacja oświadczeń przy udziale systemów do analizy mleka 26
6.1 Zakres i uzasadnienie 26
6.2 Zalecenia dotyczące zapewnienia jakości próbek mleka 27
6.3 Cechy użytkowe, które należy poddać analizie 27
7. Certyfikacja w celu zatwierdzenia lub weryfikacji 27
7.1 Przyznawanie certyfikatów 27
7.2 Warunki korzystania z certyfikatów ICAR 28
7.3 Modyfikacje certyfikowanych systemów do analizy mleka 28
7.4 Roczny raport.....28
7.5 Wygaśnięcie i przedłużenie certyfikatów 29
7.6 Zawieszenie, ograniczenie zakresu i cofnięcie certyfikatów 29
7.7 Bibliografia 29
8. Załącznik A: Zapewnienie jakości analitycznej 30
8.1 Metody referencyjne, materiały odniesienia 30
8.2 Kontrola jakości w rutynowej analizie mleka.....31
8.3 Kontrola wewnętrzna.....31
8.4 Kontrola zewnętrzna 34
8.5 Prowadzenie ewidencji danych kontrolnych 37
9. Załącznik B: Metody referencyjne.....37

1. Protokół z oceny urządzeń do analizy mleka w celu przyznania certyfikatu ICAR

Niniejsze wydanie sekcji 12 wytycznych ICAR ma na celu połączenie poprzednich sekcji 12 i 13, uwzględniając tym samym nowe osiągnięcia w zakresie zastosowań laboratoryjnych do analizy mleka oraz systemów pomiarowych w gospodarstwach rolnych, a także opracowanie zmienionej sekcji 11 wytycznych ICAR:

- W odniesieniu do aspektów proceduralnych dąży się do dostosowania do zmienionej sekcji 11.
- Obejmuje ona ocenę urządzeń do analizy mleka w dwóch różnych wariantach:
    - weryfikacja systemów do analizy mleka, które mają dostarczać dane testowe odpowiednie do wykorzystania w oficjalnej rejestracji mleka, działających zarówno w laboratorium, jak i w gospodarstwie;
    - zatwierdzanie wniosków dotyczących systemów pomiaru mleka, które generują dane testowe do celów zarządzania gospodarstwem, inne niż te służące do oficjalnej rejestracji mleka, eksploatowanych w laboratorium lub w gospodarstwie. W przypadku, gdy ICAR nie wyraża chęci podjęcia tego rodzaju działań związanych z zatwierdzaniem, odpowiednie fragmenty tekstu należy pominąć w niniejszym projekcie.
- Podkreśla się, że punktem wyjścia każdego procesu weryfikacji lub walidacji jest treść wniosku i/lub oświadczenie wnioskodawcy. Na podstawie oceny oświadczenia przez panel ekspertów ICAR można zastosować standardowy plan badań lub opracować specjalny plan badań. Plan badań wymaga zatwierdzenia przez ICAR i musi być przeprowadzony przez centrum badawcze wyznaczone przez ICAR. Wyniki testów zostaną ocenione przez panel ekspertów ICAR, który wyda zalecenie dotyczące weryfikacji ICAR (po procesie weryfikacji) lub zatwierdzenia ICAR (po procesie zatwierdzania).
- Tekst został znacznie skrócony, a tam gdzie to możliwe ułatwiono użytkownikom dostęp do niego poprzez odniesienia do istniejących norm ISO|IDF i innych odpowiednich norm.
- Niniejszy dokument został opracowany przez Podkomisję ds. Analiz Mleka ICAR, w ścisłej współpracy z przewodniczącym i członkami Podkomisji ds. Urządzeń do Rejestracji i Pobierania Próbek Mleka ICAR. ICAR wyraża głęboką wdzięczność autorowi, dr Harrie van den Bijgaart, za jego

zaangażowanie i znaczący wkład w opracowanie niniejszych wytycznych ICAR.

2. Ogólny przegląd dotyczący oceny urządzeń do analizy mleka

ICAR rozróżnia wykorzystanie danych w ramach oficjalnej oceny użytkowości mlecznej od wykorzystania danych do innych celów związanych z zarządzaniem gospodarstwem. W sekcji 12 wytycznych ICAR wymieniono zasady i procedury opracowane w celu weryfikacji systemów do analizy mleka pod kątem zgodności z wymogami ICAR w ramach oficjalnej oceny użytkowości mlecznej oraz w celu zatwierdzania wniosków złożonych przy użyciu systemów do analizy mleka do innych celów.

Weryfikacja systemów do analizy mleka przez ICAR oznacza ocenę wydajności zgodnie z określonymi protokołami testowania i weryfikacji analizatorów mleka do celów oficjalnej oceny użytkowości mlecznej przez centrum testowe wyznaczone przez ICAR. W przypadku pomyślnej weryfikacji wykazano, że system analizatora mleka może dostarczać dane opisane w raporcie z testów i spełnia wymagania ICAR wymienione w tabeli 4, pod warunkiem że analizator jest stosowany i obsługiwany zgodnie z instrukcjami producenta oraz przy zapewnieniu odpowiednich warunków podczas rutynowego stosowania.

Certyfikacja ICAR stanowi ostatni etap procesu weryfikacji systemu analizy mleka przez ICAR, w wyniku którego ICAR wydaje formalne oświadczenie o przydatności systemu do oficjalnej oceny użytkowości mlecznej.

Zatwierdzanie oświadczeń dotyczących systemów analizy mleka przez ICAR oznacza ocenę wydajności na podstawie parametrów z oceny mleka lub innych parametrów podanych przez wnioskodawcę, zgodnie z planem testów zatwierdzonym przez ICAR i przeprowadzonych przez centrum testowe wyznaczone przez ICAR. Ponieważ oświadczenia mogą się znacznie różnić, nie można określić standardowego planu testów. W związku z tym indywidualny plan badań będzie opracowywany dla każdego przypadku osobno, w oparciu o jasno sformułowane oświadczenie wnioskodawcy. W przypadku pomyślnego zatwierdzania wykazano, że jakość dostarczonych danych może być zgodna z oświadczeniem wnioskodawcy, pod warunkiem że system jest stosowany i obsługiwany zgodnie z instrukcjami

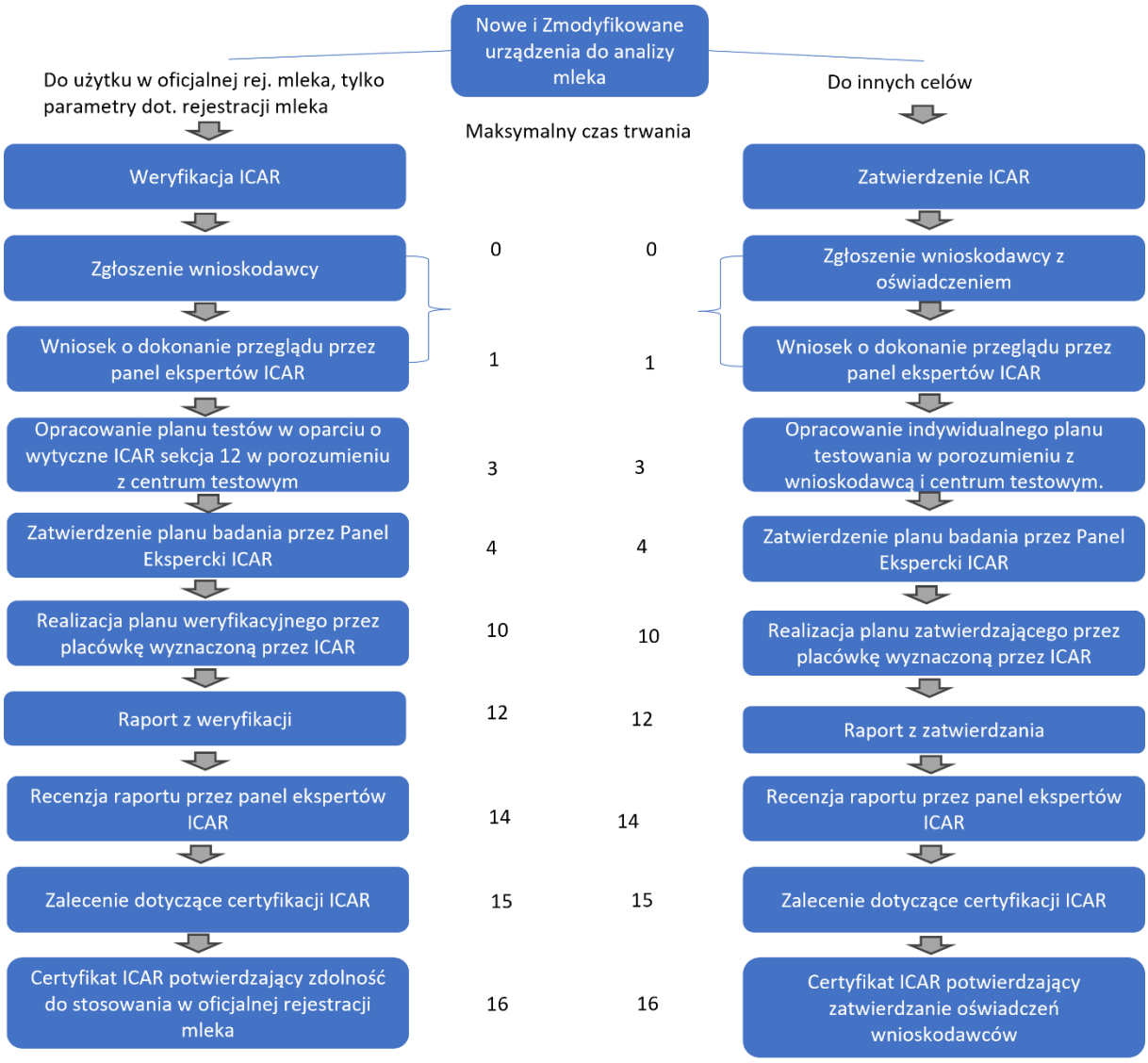
producenta oraz że podczas rutynowego stosowania zapewnione są odpowiednie warunki.

Certyfikat zatwierdzania ICAR stanowi ostatni etap procesu zatwierdzania analizatora mleka (systemu) przez ICAR, w wyniku którego ICAR wydaje formalne oświadczenie o zgodności z jednym lub kilkoma wymaganiami dotyczącymi wydajności określonymi przez wnioskodawcę.

Po wydaniu certyfikatów zatwierdzania i/lub weryfikacji ICAR wymaga od wnioskodawcy udowodnienia, że dany system analizy mleka nadal spełnia obowiązujące kryteria oceny podczas przeprowadzanej weryfikacji ICAR lub procesu zatwierdzania ICAR. Obejmuje to coroczne składanie sprawozdań przez wnioskodawców oraz terminowe powiadamianie ICAR o wprowadzeniu zmian w certyfikowanym oświadczeniu.

Analizatory laboratoryjne używane przed 1 stycznia 2016 r., które zostały wcześniej zaakceptowane przez organizacje członkowskie ICAR, są zwolnione z konieczności weryfikacji przez ICAR do użytku w oficjalnej ocenie użytkowości mlecznej.

Załącznik do niniejszej sekcji zawiera wytyczne dotyczące zapewnienia jakości wyników pomiarów analitycznych przy stosowaniu analizatorów mleka w praktyce.



Rysunek 1 Diagram sekwencji zdarzeń dotyczący oceny ICAR urządzeń do analizy mleka z maksymalnym harmonogramem, pod warunkiem, że wszyscy uczestnicy ściśle przestrzegają czasu przydzielonego na każdy etap.

3. Terminy i definicje

3.1 Materiał odniesienia

Materiał odniesienia to standard pomiarowy przeznaczony do dostarczania wartości odniesienia w celu kalibracji alternatywnej metody ilościowej. Standardem odniesienia może być:

a. certyfikowany lub uznany materiał referencyjny o przypisanych wartościach lub

b. metoda referencyjna. Metoda referencyjna powinna być metodą znormalizowaną na poziomie międzynarodowym (tj. metodami ISO, IDF, AOAC, zob. załącznik A do niniejszej sekcji) lub
c. metodą szybką jako alternatywa dla metody referencyjnej. Taką metodę szybką można stosować w przypadku, gdy wyniki okazały się równoważne z wynikami uzyskanymi przy użyciu metody referencyjnej (tj. metoda Gerbera dla zawartości tłuszczu, metoda Amido Black dla zawartości białka, metoda enzymatyczna dla zawartości laktozy).

Urządzenie wzorcowe może być wykorzystywane do uzyskania wyników referencyjnych, o ile są one powiązane z jednym z wyżej wymienionych standardów odniesienia, do kalibracji innych urządzeń oraz dla innych operatorów w przypadku systemu z centralną kalibracją. Stosowanie koncepcji centralnej kalibracji musi uwzględniać wrażliwość rutynowych metod na efekty matrycowe (skład mleka).

3.2 Metody alternatywne

Metoda dostosowana do celu użycia w oparciu o ocenę wydajności, z wykorzystaniem międzynarodowego standaryzowanego lub zatwierdzonego protokołu. Warunki i zatwierdzone procedury weryfikacji lub walidacji ICAR, a także wymagania dotyczące certyfikacji ICAR są określone w standaryzowanych protokołach.

3.3 Inne definicje

Urządzenie do analizy mleka (system): urządzenie analityczne przeznaczone specjalnie do analizy mleka. Może ono odnosić się zarówno do zautomatyzowanych metod stosowanych w laboratoriach, jak i do urządzeń do analizy mleka instalowanych w gospodarstwach rolnych. Może ono składać się z jednego urządzenia analitycznego, ale może być również połączone z urządzeniem do pobierania próbek i/lub algorytmami do przetwarzania danych w celu uzyskania ostatecznych wyników badań.

Laboratoryjny analizator mleka (system): analizator mleka (system) zainstalowany w laboratorium, służący do analizy reprezentatywnej próbki po całkowitym wydojeniu wykorzystywany do wykrywania lub oznaczania ilościowego jednego lub więcej składników lub właściwości mleka.

Analizator mleka (system) na linii produkcyjnej w gospodarstwie: analizator mleka (system) zainstalowany obok linii produkcyjnej w gospodarstwie, służący do analizy reprezentatywnej próbki po całkowitym wydojeniu i wykorzystywany do wykrywania lub oznaczania ilościowego jednego lub więcej składników lub właściwości mleka. Urządzenia takie są zazwyczaj umieszczane w pobliżu dojarki, ale mogą być również umieszczone w innym miejscu w gospodarstwie. Mogą one mieć podobne właściwości jak urządzenia stosowane w laboratoriach i stanowić element laboratorium w gospodarstwie.

UWAGA Nazywane również analizatorami poza linią produkcyjną.

Analizator mleka (system) na linii produkcyjnej w gospodarstwie: analizator mleka (system) zainstalowany w systemie udojowym (tj. sprzęcie udojowym, przewodzie mlecznym i/lub automatycznym systemie udojowym) w gospodarstwie, który służy do wykrywania lub oznaczania ilościowego jednego lub więcej składników lub właściwości mleka od jednego zwierzęcia podczas procesu udoju.

Reprezentatywny wynik badania: wynik uzyskany:

- poprzez zebranie całego mleka, a następnie, po odpowiednim wymieszaniu, pobranie próbki i jej pomiar

lub

- poprzez dokonywanie seryjnych pomiarów mleka w proporcji ważonej do całkowitej ilości wyprodukowanego mleka i obliczanie średniej ważonej dla całego udoju.

Powtarzalność: wartość graniczna bezwzględnej różnicy między dwiema wartościami końcowymi, z których każda reprezentuje serię indywidualnych wyników badań lub pomiarów uzyskanych tą samą metodą na identycznych elementach badawczych w tym samym systemie analitycznym przez tego samego lub innego operatora korzystającego z tego samego systemu analitycznego w krótkich lub średnich odstępach czasu, powinna wynosić 95 % z określonym prawdopodobieństwem.

Powtarzalność wewnątrzpomiarowa: wartość graniczna bezwzględnej różnicy między dwiema wartościami końcowymi, z których każda reprezentuje serię indywidualnych wyników badań lub pomiarów uzyskanych tą samą metodą na identycznych próbkach badawczych w tym samym systemie analitycznym przez tego

samego lub innego operatora korzystającego z tego samego systemu analitycznego w krótkich lub średnich odstępach czasu, powinna wynosić z określonym prawdopodobieństwem 95 %.

Przeniesienie: mleko pozostałe w obecnej próbce mleka z poprzednio badanej próbki mleka, wyrażone jako procent masy obecnej próbki mleka.

Liniowość: Stałość stosunku między wzrostem stężenia danego składnika mleka lub wartości danej cechy mleka a odpowiadającym mu wzrostem wyniku pomiaru. Wyraża się ją jako stosunek zakresu resztkowego do zakresu wartości sygnałowych.

Dokładność (lub dokładność ogólna): stopień zgodności między wartością wielkości zmierzonej (lub oszacowanej) uzyskaną metodą analityczną a rzeczywistą wartością wielkości mierzonej. Wyraża się ją za pomocą odchylenia standardowego, które łączy zarówno błąd losowy (precyzję), jak i błąd systematyczny metody. Część niezależna od błędów kalibracyjnych i tzw. „dokładność oszacowania", jest cechą charakterystyczną alternatywnych metod analizy.

Błąd systematyczny (lub błąd systemowy): różnica między średnią wyników badań (w czasie) uzyskanych przy użyciu metody alternatywnej a średnią wyników badań uzyskanych przy użyciu metody referencyjnej w odniesieniu do tych samych elementów badanych.

Niepewność pomiaru: związana z ogólną dokładnością metody, wyraża zakres wystąpienia wyniku poprzez jego odchylenie standardowe (niepewność standardowa) i współczynnik rozszerzenia k dla danego prawdopodobieństwa (zwykle k=2 dla prawdopodobieństwa 95%). Zakłada się, że wynikowy błąd ma rozkład normalny.

Czułość: zdolność metody jakościowej do wykrywania analitu w porównaniu z odniesieniem. Wskaźnik prawdziwych wyników pozytywnych = liczba prawdziwych wyników pozytywnych/(liczba prawdziwych wyników pozytywnych + liczba wyników fałszywie ujemnych).

4. Procedura składania wniosku do ICAR dot. weryfikacji aparatury do analizy mleka oraz zatwierdzanie przez ICAR wyników uzyskanych przy użyciu takiej aparatury

Procedura każdego rodzaju kontroli lub zatwierdzenia rozpoczyna się od złożenia wniosku lub zgłoszenia przez wnioskodawcę, którym może być producent, inny zainteresowany podmiot lub grupa takich podmiotów, do sekretariatu ICAR. Wnioskodawca powinien złożyć wniosek za pomocą formularza dostępnego w sekretariacie ICAR i na stronie internetowej ICAR. Kompletny wniosek zawiera:

- Ogólne dane wnioskodawcy (nazwa, adresy, lokalizacja stacjonarna, osoba kontaktowa), które należy podać w formularzu zgłoszeniowym ICAR;
- Informacje na temat procesów zlecanych podmiotom zewnętrznym, które są wykorzystywane przez wnioskodawcę i mają znaczenie dla oceny;
- Nazwa i typ analizatora mleka, dodatkowe nazwy „marki i typu";
- Przeznaczenie i parametry pomiarowe;
- Miejsce i sposób zastosowania (laboratorium, gospodarstwo rolne przy linii produkcyjnej, gospodarstwo rolne w linii produkcyjnej);
- Układ montażowy;
- Gatunki – np. krowy, bawoły, owce, kozy, inne;
- Publikacje recenzowane;
- Raporty z badań dotyczących zatwierdzeń
- Twierdzenia wymagające weryfikacji (oficjalna ocena użytkowości mlecznej) lub zatwierdzenia (inne);
- Wymagany rodzaj testu (nowe urządzenie, testowanie modyfikacji);
- Charakterystyka techniczna, rysunki i zdjęcia urządzenia;
- Instrukcja techniczna opisująca procesy i zasady działania oraz dokumentacja oprogramowania/oprogramowania fabrycznego;
- Procedura instalacji;
- Instrukcja obsługi zawierająca wskazówki dotyczące prawidłowej konserwacji;
- Procedury rutynowych testów lub okresowych kontroli dla operatorów i techników serwisowych.

Po uiszczeniu przez wnioskodawcę pierwszej części opłaty za wniosek zostaną podjęte następujące kroki:

- Sekretariat ICAR sprawdzi formularz zgłoszeniowy i związane z nim dokumenty.
- ICAR zatrudni i wyznaczy ekspertów, którzy utworzą panel ekspertów ICAR. Panel ekspertów rozpatrzy zgłoszenie wraz z wnioskiem/oświadczeniem.
- ICAR, na podstawie rekomendacji zespołu ekspertów ICAR, wyznaczy centrum testowe ICAR do przeprowadzenia testów.
- Zespół ekspertów ICAR opracuje plan testów w porozumieniu z wnioskodawcą, wyznaczonym przez ICAR centrum testowym oraz ICAR.
- ICAR wystawia umowę ramową i przesyła ją wnioskodawcy wraz z planem testów i fakturą za pełną opłatę za testy.
- Test ICAR zostanie zaplanowany i przeprowadzony po podpisaniu umowy i uiszczeniu pełnej opłaty za test. Sekretariat ICAR koordynuje transakcje finansowe między wnioskodawcą, centrum testowe oraz ICAR.
- Aby test mógł się rozpocząć, wnioskodawca musi przesłać wszystkie niezbędne urządzenia i akcesoria do centrum testowego wyznaczonego przez ICAR. Ponadto należy dostarczyć do centrum testowego wyznaczonego przez ICAR wszystkie instrukcje, dokumenty i procedury.
- Następnie wyznaczone przez ICAR centrum testowe przeprowadza testy. Wyżej wymienione centrum jest zobowiązane do działania zgodnie z procedurami określonymi w planie testów i towarzyszących mu protokołach. Wszystkie szczegóły związane z fazą testowania, w tym wyniki testów, są ściśle poufne. Wyznaczone przez ICAR centrum badawcze przedstawia okresowe sprawozdania z trwających testów odpowiedniemu zespołowi ekspertów ICAR.
- Po zakończeniu testów centrum przekazuje projekt raportu z wynikami testów do odpowiedniego panelu ekspertów ICAR za pośrednictwem sekretariatu ICAR.
- Po 21-dniowym okresie weryfikacji i zgłaszania uwag przez zespół ekspertów ICAR wyznaczone przez ICAR centrum testowe odpowiada na ewentualne uwagi, przygotowuje raport końcowy i ponownie przedkłada go zespołowi ekspertów ICAR za pośrednictwem sekretariatu ICAR w ciągu 21 dni od otrzymania uwag.

- Po kolejnym 21-dniowym okresie weryfikacji Zespół Ekspertów ICAR przedstawia swoje zalecenia dotyczące zatwierdzania lub weryfikacji wyników certyfikacji ICAR, powiadamiając o tym wnioskodawcę.
- W przypadku pomyślnego wyniku testu weryfikacyjnego ICAR przyzna wnioskodawcy certyfikat.
- Wszystkie analizatory mleka (systemy) zweryfikowane przez ICAR oraz wnioski zatwierdzone przez ICAR są publikowane na stronie internetowej ICAR wraz ze zdjęciami urządzeń, rokiem weryfikacji lub zatwierdzania, gatunkami zwierząt oraz informacjami na temat poświadczonego wniosku.

5. Weryfikacja systemów do analizy mleka (pod kątem kryteriów zastosowania w ocenie użytkowości mlecznej)

Producent lub wnioskodawca jest odpowiedzialny za prawidłowy montaż i kalibrację analizatora mleka lub systemu do analizy mleka. Po montażu wyznaczone przez ICAR centrum testowe przeprowadzi testy bez obecności producentów lub wnioskodawców.

5.1 Laboratoryjne system analizatorów i stacjonarne gospodarskie systemy analizatorów

Zakres i uzasadnienie

Niniejszy protokół ma zastosowanie w weryfikacji alternatywnych metod ilościowego oznaczania parametrów dla mleka przeznaczonych do wytworzenia danych z oceny użytkowości mlecznej. Przykładami są zawartość tłuszczu, białka, białka właściwego, laktozy i mocznika oraz liczba komórek somatycznych. Szczegółowe zakresy stężeń tych parametrów w mleku różnych gatunków zwierząt wymieniono w Tabeli 1. Protokół ten może w przyszłości zostać rozszerzony o inne parametry mleka, takie jak kwasy tłuszczowe. Protokół ma zastosowanie zarówno do metod laboratoryjnych, jak i metod stosowanych w gospodarstwach rolnych, które mierzą pojedynczą reprezentatywną próbkę z całego udoju. Systemy analizatorów stosowane w gospodarstwach rolnych umożliwiają rolnikom częstsze przeprowadzanie analiz mleka. W związku z tym można zaakceptować mniejszą dokładność na poziomie poszczególnych wyników. W przypadku gdy system analizatora stacjonarnego jest stosowany w celu zastąpienia systemu laboratoryjnego przy normalnej częstotliwości wykonywania oceny, na przykład gdy transport próbek do laboratoriów jest

niepraktyczny, powinien on być zgodny z wytycznymi ICAR dotyczącymi analizatorów laboratoryjnych.

Tabela 1 Przybliżone zakresy składników mleka, które muszą być uwzględnione w ramach weryfikacji

	Krowy	Kozy	Owce	Bawoły	Jednostki
Tłuszcz	2.0-6.0	2.0-5.5	5.0-10.0	5.0-14.0	g/100g
(Właściwe) białko	2.5-4.5	2.5-5.0	4.0-7.0	4.0-7.0	g/100g
Laktoza	4.0-5.5	4.0-5.5	4.0-5.5	4.0-5.5	g/100g
Mocznik	10.0-70.0	10.0-70.	10.0-70	10.0-70.0	mg/100g
Komórki somatyczne	0-2 000	0-2 000	0-2 000	0-2 000	10^3 komórek/ml

Zalecenia dotyczące zapewnienia jakości próbek mleka

W przypadku analiz laboratoryjnych i analiz stacjonarnych w gospodarstwie istotne jest, aby każda próbka mleka była próbką reprezentatywną dla całego udoju lub połączonych udojów. Wytyczne dotyczące pobierania reprezentatywnych próbek znajdują się w sekcji 2, rozdział 7.1.

Próbki mleka należy odpowiednio przechowywać do momentu pomiaru. W przypadku długotrwałego przechowywania i transportu można stosować chemiczne środki konserwujące zgodnie z wytycznymi zawartymi w normach ISO 9622|IDF 141 lub ISO 13366-2|IDF 148. Ponieważ chemiczne środki konserwujące mogą wpływać na skuteczność metod analitycznych, a jeśli metoda nie jest określona w wyżej wymienionych normach ISO, przed zastosowaniem konserwacji próbek w rutynowych badaniach należy ocenić, udokumentować i rozważyć wszelkie możliwe skutki działania tego środka.

Wpływ środków konserwujących można ocenić, porównując wyniki pomiarów z zakonserwowanych i niezakonserwowanych porcji tych samych próbek. Należy również pamiętać o (niewielkim) efekcie rozcieńczenia, gdy ww. środki są dodawane w postaci płynnej.

Nawet przy stosowaniu chemicznych środków konserwujących próbki należy utrzymywać w niskiej temperaturze (0–6 °C) podczas przechowywania i transportu.

Przechowywanie w podwyższonej temperaturze (>20 °C) przez jeden lub więcej dni może na przykład spowodować obniżenie liczby komórek somatycznych.

Fiolki na próbki powinny być odpowiednie do użytku. Należy zadbać o to, aby butelki na próbki były szczelne i aby pozostawiono w nich odpowiednią ilość wolnej przestrzeni. Zbyt duża ilość wolnej przestrzeni może spowodować oddzielenie się substancji oleistej, natomiast zbyt mała ilość wolnej przestrzeni może utrudniać mieszanie.

Cechy użytkowe poddawane analizie

Zakres

Metoda ilościowa musi zapewniać dokładne wyniki w całym zakresie objętym analizie (patrz Tabela 1). Oznacza to wykazywanie wystarczająco niskiej zmienności (zmienności krótkoterminowej, średnioterminowej i między urządzeniami), ale także wykazywanie dokładnych wyników w całym zakresie stężeń objętych badaniem. Odchylenia od tej ostatniej będą widoczne przy porównaniu wyników uzyskanych metodą alternatywną z wynikami uzyskanymi metodą referencyjną lub wynikami uzyskanymi przy użyciu przyrządów skalibrowanych i identyfikowalnych względem materiału referencyjnego jako niezgodna zmienność różnic lub nieliniowość (krzywizna).

Powtarzalność, średnioterminowa stabilność i wewnątrz-odtwarzalność

W przypadku każdej metody analitycznej podstawowym wymogiem jest odpowiedni poziom krótkoterminowej stabilności sygnału i wyników. Dlatego też badanie powtarzalności stanowi podstawę każdego procesu weryfikacji. Inne kluczowe cechy, które należy zbadać, to stabilność średnioterminowa (ten sam system analizatora w ciągu jednego dnia lub kilku dni) oraz zmienność między urządzeniami. Wyraża się je w kategoriach (wewnętrznej) odtwarzalności.

W celu zbadania powtarzalności i średnioterminowej stabilności metoda lub przyrząd powinny być stosowane w warunkach jak najbardziej zbliżonych do warunków rutynowych. Powtarzalność i średnioterminową stabilność należy oceniać przy trzech różnych stężeniach mierzonej wielkości: niskim, średnim i wysokim. Odpowiedni protokół z badań, wytyczne dotyczące minimalnej liczby próbek do zbadania na każdym poziomie oraz obliczenia odchylenia standardowego powtarzalności i

odtwarzalności wewnętrznej na podstawie wyników pomiarów można znaleźć w normie ISO 8196-3|IDF 128-3.

Obowiązujące limity ICAR dla odchylenia standardowego w przypadku parametrów powtarzalności, powtarzalności średnioterminowej i odtwarzalności wewnętrznej dla oficjalnych parametrów dla oceny użytkowości mlecznej są wymienione w Tabeli 4.

Przeniesienie

Mleko przywierające do urządzeń mieszających lub niepełne przepłukanie systemu przepływowego i komory pomiarowej między próbkami może spowodować przeniesienie mleka do kolejnej próbki podczas pomiaru. Szczególnie w przypadku dużej różnicy w zawartości składników między dwiema kolejnymi analizowanymi próbkami mleka - może to być zauważalne w wyniku pomiaru drugiej próbki.

Podczas oceny metody ten tak zwany efekt przeniesienia należy oceniać zgodnie z opisem w normie ISO 8196-3|IDF 128-3.

Obowiązujące limity ICAR dotyczące współczynnika przeniesienia wraz z oficjalnymi parametrami rejestracji mleka są wymienione w Tabeli 4.

Należy zauważyć, że niektóre metody/systemy analityczne są wyposażone w oprogramowanie, które umożliwia automatyczną korektę całkowitego efektu przeniesienia. Automatyczna korekta wyników badań mleka jest dopuszczalna w określonych granicach, pod warunkiem że można udowodnić, że przeniesienie niewielkiej ilości materiału z jednego pomiaru do następnego jest systematyczne i stałe. Należy podkreślić, że limity podane w Tabeli 4 mają zastosowanie w sytuacji kiedy nie ma żadnej korekty, co oznacza, że przy ocenie współczynnika przeniesienia kompensacja tego procesu jest ustawiona na zero.

Liniowość (jeśli ma zastosowanie i jest istotna)

Liniowość wyraża stałość stosunku między wzrostem stężenia składnika w mleku a odpowiadającym mu wzrostem wyniku badania. Liniowość sygnału pomiarowego jest w większości przypadków niezbędna do utrzymania stałej czułości w całym zakresie pomiarowym oraz do łatwej obsługi kalibracji i powiązanych ustawień. Ponadto pozwala ona w pewnym stopniu na pomiary wykraczające poza zakres kalibracji poprzez liniową ekstrapolację.

Przy ocenie metody lub systemu analizatora do analizy mleka liniowość należy oceniać zgodnie z opisem w normie ISO 8196-3|IDF 128-3.

Obowiązujące limity ICAR dla współczynnika liniowości z oficjalnymi parametrami dotyczącymi oceny wartości użytkowej są wymienione w Tabeli 4.

Jeżeli liniowość nie jest osiągnięta w całym zakresie stężeń, należy określić rzeczywisty zakres zastosowania danej metody lub wskazać oddzielne zakresy pomiarowe o dopuszczalnej liniowości.

Dolna granica zakresu pomiarowego to albo granica oznaczalności ilościowej (wynik badania z zawartością zerową + 10*odchylenie standardowe powtarzalności), albo dolny próg, przy którym sygnał pomiarowy odbiega od liniowości, w zależności od tego, która z tych wartości jest wyższa. Należy zauważyć, że naturalne zakresy stężenia dla parametrów dot. oceny użytkowości mlecznej są zazwyczaj znacznie powyżej zera, przy czym najniższy rutynowy wynik badania mieści się w zakresie liniowości metody.

Górna granica zakresu pomiarowego metody odpowiada górnemu progowi, przy którym sygnał lub pomiar odbiega od liniowości.

Dokładność

Całkowity błąd dokładności jest sumą błędu powtarzalności, błędu dokładności (błąd oszacowań w stosunku do wartości odniesienia) oraz błędu kalibracji, który występuje w rutynowych warunkach analitycznych. Bardziej ogólne informacje ogólne można znaleźć w normie ISO 8196-1|IDF 128-1.

Całkowitą dokładność określa się poprzez analizę poszczególnych próbek mleka zarówno metodą alternatywną, jak i metodą referencyjną.

Ocenę należy przeprowadzić przy użyciu systemu analizatora mleka w takim samym zakresie (parametry robocze, prędkość, kalibracja), jaki producent zamierza udostępnić użytkownikom.

W przypadku dostępności różnych szybkości analitycznych należy ocenić ogólną dokładność dla każdej z opcji.

Ogólną dokładność należy oceniać zgodnie z opisem zawartym w normie ISO 8196-3|IDF 128-3.

W przypadku stacjonarnych systemów analizatorów w gospodarstwie rolnym dopuszczalna jest nieco niższa wydajność w porównaniu z przyrządami laboratoryjnymi, przy czym analizy są przeprowadzane częściej, ponieważ

niepewność pomiaru można zmniejszyć poprzez uśrednienie wyników wielu pomiarów.

Obowiązujące limity ICAR dotyczące ogólnej dokładności w poszczególnych próbkach pochodzących od zwierząt, wraz z parametrami dot. oceny użytkowości mlecznej przedstawiono w Tabeli 4.

Odporność i łatwość obsługi

Podczas weryfikacji należy rejestrować przestoje, częstotliwość i rodzaj wymaganych czynności serwisowych w celu sporządzenia raportu i oceny dokonanej przez zespół ekspertów ICAR. Alternatywna metoda powinna również zostać oceniona pod kątem ogólnych aspektów związanych z wygodą użytkowania, takich jak bezpieczeństwo użytkowania, szybkość, materiały eksploatacyjne, przyjazność dla środowiska, łatwość obsługi (łatwość obsługi i wytrzymałość) podczas eksploatacji, czyszczenie, kalibracja, środki zapobiegające nieuprawnionej zmianie ustawień, zapewnienie jakości, monitorowanie wydajności, rozwiązywanie problemów i serwisowanie.

Przegląd cech użytkowych, które należy zweryfikować za pomocą laboratoryjnych i stacjonarnych systemów analizatorów w gospodarstwie

Cechy użytkowe, które mają być zbadane w procesie weryfikacji, będą zależne od typu systemu analizatora, miejsca i sposobu jego zastosowania, parametrów pomiarowych oraz treści oświadczenia producenta. Przegląd weryfikacji przeprowadzanej w laboratorium i w gospodarstwie przy użyciu stacjonarnych analizatorów mleka przedstawiono w Tabeli 2.

Tabela 2 Tabela 2. Cechy użytkowe, które należy zbadać podczas kontroli laboratoryjnych i gospodarskich stacjonarnych analizatorów mleka.

	Tłuszcz	Białko właściwe	Laktoza	Mocznik	Komórki somatyczne	Inne
Zakres	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
Powtarzalność	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
Wewnątrz – odtwarzalność	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
Przeniesienie	Tak	Tak	Tak		Tak	Jeśli dotyczy

Liniowość	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Jeśli dotyczy
Precyzja	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
Średnie odchylenie	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
% wartości odbiegających	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak
Wytrzymałość i łatwość obsługi	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak	Tak

5.2 System analizatorów liniowych stosowanych w gospodarstwach rolnych

Zakres i uzasadnienie

Przy użyciu systemów analizatorów typu „in line” w gospodarstwie możliwe jest wiele podejść do uzyskania reprezentatywnych wyników badań dla jednego dojenia lub serii dojeń. Dostawcy metod mogą sprostać temu wyzwaniu, dokonując optymalnych wyborów w zakresie kombinacji typu urządzenia do pobierania próbek, czasu i częstotliwości pobierania próbek, typu urządzenia pomiarowego, liczby pomiarów oraz zastosowania określonych algorytmów w przetwarzaniu danych. ICAR postanowił pozostawić podmiotom świadczącym usługi jak największą swobodę w zakresie ciągłego rozwoju i ich ulepszania.

W celu oceny użytkowości dla każdego rozwiązania typu in-line, ICAR koncentruje się na użytkowości w testach terenowych. Kluczowymi parametrami są dokładność końcowego wyniku testu całego systemu analizatora dla pojedynczego udoju (lub dla połączonych udojów w ciągu dnia) oraz zmienność wyników testów między urządzeniami. Ponieważ dane mają być wykorzystywane w oficjalnej rejestracji mleka, wyniki tych testów powinny spełniać wymagania dotyczące dokładności i odtwarzalności dla analizatorów stosowanych w gospodarstwach rolnych.

Ponadto obowiązują wymagania dotyczące wytrzymałości i łatwości obsługi.

1.2.2 Cechy użytkowe poddane ocenie

Kwestie ogólne

System do analizy mleka powinien być zaprojektowany tak, aby operator mógł go łatwo odczytywać i obsługiwać, gdy jest on podłączony do dojarki. Ponadto powinien być odporny na wszystkie warunki występujące w normalnym środowisku pracy (tj. podczas dojenia, mycia, dezynfekcji i, w stosownych przypadkach, transportu). Wszystkie części podlegające zużyciu powinny być łatwe do wymiany.

Warunki montażu systemu do analizy mleka powinny być zapewnione przez producenta urządzenia. Jeśli system do analizy mleka jest wyposażony w urządzenie kalibracyjne lub opcję kalibracji, należy podjąć odpowiednie środki ostrożności, aby zapobiec nieuprawnionej zmianie ustawień.

System do analizy mleka, który ma być sprawdzony przez ICAR pod kątem przydatności do oceny użytkowości mlecznej, powinien umieć oszacować zawartość tłuszczu i (prawdziwego) białka w mleku z jednego dojenia lub z kilku dojeń razem wziętych w ciągu 24 godzin. Inne parametry, takie jak laktoza, mocznik i komórki somatyczne, nie są obowiązkowe, ale mogą być częścią testu oceny na wniosek wnioskodawcy.

Zakres

System do analizy mleka in-line musi zapewniać dokładne wyniki w całym zakresie objętym badaniem, patrz tabela 1. Oznacza to wystarczająco niską zmienność (krótkoterminową, długoterminową i między urządzeniami), ale także dokładne wyniki w całym zakresie stężeń. Odchylenia od tego ostatniego będą widoczne przy porównywaniu wyników uzyskanych metodą alternatywną z wynikami uzyskanymi metodą referencyjną lub wynikami uzyskanymi za pomocą przyrządów skalibrowanych i spójnych pomiarowo względem materiału referencyjnego, albo jako niezgodna zmienność różnic, albo jako nieliniowość (krzywizna).

Dokładność

W celu oceny całkowitej dokładności dokonuje się porównania między oszacowaniem dla mleka pełnego lub mleka mieszanego w ciągu 24 godzin a pomiarami metodą referencyjną wykonanymi dwukrotnie na reprezentatywnych próbkach tego mleka. Szacunki powinny pochodzić z systemu pomiarowego w takim samym stanie (moment i częstotliwość pobierania próbek, urządzenie pomiarowe, prędkość, algorytmy, kalibracja), jaki producent zamierza dostarczyć użytkownikom. Wydajność systemu do analizy mleka pełnego należy porównać z limitami

dokładności określonymi dla systemów liniowych do analizy mleka w gospodarstwie, uwzględniając fakt, że również w tym przypadku analiza parametrów rejestracji mleka będzie prawdopodobnie przeprowadzana częściej niż w klasycznym systemie z analizą laboratoryjną.

Podczas pozyskiwania mleka z jednego pełnego dojenia lub z kilku dojeń w ciągu dnia należy zadbać o to, aby podczas pozyskiwania mleka zachować jego jakość poprzez stosowanie czystych narzędzi w warunkach sanitarnych oraz przechowywanie mleka w chłodni (0–6 °C) do momentu pobrania próbki do analizy metodą referencyjną. Wytyczne dotyczące pobierania reprezentatywnych próbek znajdują się w sekcji 2, rozdział 7.1.

Próbki mleka przeznaczone do analiz metodą referencyjną należy odpowiednio przechowywać do momentu przeprowadzenia pomiarów. W przypadku długotrwałego przechowywania i transportu można stosować chemiczne środki konserwujące zgodnie z wytycznymi zawartymi w normach ISO 9622|IDF 141 lub ISO 13366 - 22|IDF 148-2 Ponieważ chemiczne środki konserwujące mogą wpływać na skuteczność metod analitycznych, a jeśli metoda nie jest określona w wyżej wymienionych normach ISO, przed przeprowadzenie rutynowych badań należy ocenić, udokumentować i rozważyć wszelkie konkretne skutki działania tego środka i ewentualnych substancji dodatkowych. Nawet przy stosowaniu chemicznych środków konserwujących próbki mleka należy przechowywać w niskiej temperaturze (0-6 °C) podczas przechowywania i transportu.

Fiolki na próbki powinny być odpowiednie do użytku. Należy zadbać o to, aby butelki na próbki były szczelne i aby pozostawiono w nich odpowiednią ilość wolnej przestrzeni. Zbyt duża ilość wolnej przestrzeni może spowodować oddzielenie się oleju, a zbyt mała może utrudniać mieszanie.

Podobnie jak w przypadku systemów liniowych do analizy mleka w gospodarstwie, nieco niższa wydajność w porównaniu z przyrządami laboratoryjnymi jest dopuszczalna przy częstszych analizach, ponieważ niepewność pomiaru można zmniejszyć poprzez uśrednienie wyniku z wielu próbek. Należy jednak unikać sytuacji, w których występuje systematyczne odchylenie. W związku z tym obowiązujące limity ICAR dotyczące ogólnej dokładności w przypadku próbek pobranych od poszczególnych zwierząt, wraz z oficjalnymi parametrami dotyczącymi

rejestracji mleka na różnych poziomach, przedstawiono w tabeli 4 wraz z limitami maksymalnego odchylenia i maksymalnej liczby wartości skrajnych.

Uwaga: zaleca się, aby w rutynowych pomiarach wyniki były podawane wraz z wynikami kontroli pilotażowych, z podaniem zarówno wartości przypisanej, jak i wartości zmierzonych dla próbki (próbek) pilotażowej (pilotażowych).

Odtwarzalność między urządzeniami

Nie można dwukrotnie przeprowadzić dojenia od jednego zwierzęcia. Jednak ocena zmienności między urządzeniami może być wykonalna poprzez zamontowanie dwóch systemów do analizy mleka w tym samym urządzeniu do dojenia/linii dojenia, co daje dwa szacunki dla dojenia lub mieszanego dojenia równoległego. Aby uzyskać prawidłowe wskazanie powtarzalności między urządzeniami, należy powtórzyć tę procedurę co najmniej 40 razy.

UWAGA Test ten można połączyć z oceną ogólnej dokładności.

Wytyczne dotyczące określania i obliczania odchylenia standardowego powtarzalności między urządzeniami znajdują się w normie ISO 8196|IDF 128-3.

Obowiązujące limity ICAR dla odchylenia standardowego powtarzalności między urządzeniami dla oficjalnych parametrów obowiązujących przy ocenie użytkowości mlecznej są wymienione w tabeli 4.

Wytrzymałość i łatwość obsługi

Podczas weryfikacji należy rejestrować przestoje, częstotliwość i rodzaj wymaganych czynności serwisowych w celu sporządzenia raportu i oceny przez zespół ekspertów ICAR. Alternatywna metoda powinna również zostać oceniona pod kątem ogólnych aspektów związanych z wygodą użytkowania, takich jak bezpieczeństwo użytkowania, szybkość, materiały eksploatacyjne, przyjazność dla środowiska, łatwość obsługi (prostość i wytrzymałość) podczas eksploatacji, czyszczenie, kalibracja, zapewnienie jakości, monitorowanie wydajności, rozwiązywanie problemów i serwisowanie.

Przegląd charakterystyk wydajnościowych, które należy zweryfikować za pomocą systemów liniowych do analizy mleka w gospodarstwie.

Charakterystyka działania, która ma być zbadana w procesie weryfikacji, będzie zależała od typu systemu analizatora, miejsca i sposobu jego zastosowania,

parametrów pomiarowych oraz treści oświadczenia producenta. Przegląd weryfikacji systemów liniowych do analizy stosowanych w gospodarstwach rolnych przedstawiono w tabeli 3.

Omówienie cech użytkowych, które należy zweryfikować za pomocą systemów liniowych do analizy mleka w gospodarstwie.

Cechy użytkowe, które mają być zbadane w procesie weryfikacji, który będzie zależał od typu systemu analizatora, miejsca i sposobu jego zastosowania, parametrów pomiarowych oraz treści oświadczenia producenta. Przegląd weryfikacji systemów analizatorów in-line stosowanych w gospodarstwach rolnych przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3 Cechy użytkowe, które należy zbadać podczas weryfikacji systemów liniowych do analizy mleka stosowanych w gospodarstwach rolnych.

	Tłuszcz	**Białko wł.**	**Laktoza**	**Mocznik**	**L. kom. somatycznych**	**Inne**
Zakres	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	Jeśli dotyczy
Powtarzalność	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	W stosownych przypadkach i jeśli dotyczy	Jeśli to możliwe	Jeśli to możliwe	W stosownych przypadkach i jeśli dotyczy
Odtwarzalność pomiędzy urządzeniami	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	W stosownych przypadkach
Przeniesienie	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy
Liniowość	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy	Jeśli dotyczy
Całkowita dokładność	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	W stosownych przypadkach
Średnie odchylenie	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	W stosownych przypadkach
% wart. Skrajnych	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	W stosownych przypadkach

Wytrzymałość i łatwość użycia	Tak	Tak	W stosownych przypadkach	Tak	Tak	W stosownych przypadkach

Tabela 4 Limity dla ocen analizatorów mleka na stanowisku testowym w ocenie użytkowości mlecznej.

		Tłuszcz	Białko wł.	Laktoza	Mocznik	L. kom. somatycznych
Jednostka		g/100 g	g/100 g	g/100 g	mg/100 g	10^3 kom./ml
Liczba zwierząt		100	100	100	100	100
Zakres				4.0-5.5	10.0-70.0	0-2 000
	Niski					0-100
	Średni	2.0-6.0	2.5-4.5			100-1000
	Wysoki	5.0-14.0	4.0-7.0			>1 000

Parametr	Laboratorium (At-line / In line)			W gospodarstwie (cały udój)		
	Tłuszcz / Białko wł./ Laktoza (g/100g)	Mocznik (mg/100g)	Liczba kom. somatycznych (%)	Tłuszcz / Białko wł./ Laktoza (g/100g)	Mocznik (mg/100g)	Liczba kom. somatycznych (%)[3]
Odchylenie standardowe powtarzalności sr – całkowity zakres		4			10	
Odchylenie standardowe powtarzalności sr – niskie		6			15	
Odchylenie standardowe powtarzalności sr – średnie	0.014	1.4	4	0.035	3.5	10

Odchylenie standardowe powtarzalności sr – wysokie	0.014		3	0.035		7.5
Odchylenie standardowe powtarzalności wewnątrzpomiarowe j sRintra[1] – N	40	40	40	40	40	40
Odchylenie standardowe powtarzalności wewnątrzpomiarowe j sRintra[1] – całkowity zakres		5			12.5	
Odchylenie standardowe powtarzalności wewnątrzpomiarowe j sRintra[1] – niskie		7			17.5	
Odchylenie standardowe powtarzalności wewnątrzpomiarowe j sRintra[1] – średnie	0.020	2.0	5	0.05	5	12.5
Odchylenie standardowe powtarzalności wewnątrzpomiarowe j sRintra[1] – wysokie	0.025		4	0.06		10
Limit przeniesienia Lc (%) – Całkowity zakres	1		2			
Współczynnik liniowości De/DL (%) – Całkowity zakres	1	2				
Odchylenie standardowe	0.06	6.0	10	0.15	15	25

dokładności $s_{y,x}$[2] – Całkowity zakres						
Średnie odchylenie – Całkowity zakres	± 5.000	± 1.2	± 5	0.125	± 3	± 12.000
RMSEP – Całkowity zakres				0.15	15	
RMSEP % – Całkowity zakres						25
Maksymalna liczba wartości skrajnych (%) – Całkowity zakres	3	3	3	3	3	3

1. Dotyczy powtarzalności średnioterminowej, między instrumentowej, międzyurządzeniowej i międzylokalizacyjnej.
2. Odchylenie standardowe dokładności $s_{y,x}$ oznacza odchylenie standardowe reszt, a nie odchylenie standardowe błędu systematycznego.
3. O ile nie określono inaczej

6. Weryfikacja oświadczeń przy udziale systemów do analizy mleka

6.1 Zakres i uzasadnienie

Oprócz oficjalnej oceny użytkowości mlecznej, analiza mleka może na wiele innych sposobów przyczynić się do podejmowania świadomych decyzji dotyczących zarządzania gospodarstwem. Dane dotyczące składu mleka lub innych cech charakterystycznych mogą być wykorzystywane samodzielnie lub w seriach czasowych, w połączeniu z danymi dotyczącymi mleka innych zwierząt w stadzie lub innymi rodzajami danych, w celu uzyskania wskazówek dotyczących produkcji, zdrowia i dobrostanu zwierząt, a także aspektów zrównoważonego rozwoju. Dobrze zauważalny jest wzrost zastosowania modeli matematycznych i algorytmów w oferowanych rozwiązaniach.

Ze względu na duże zróżnicowanie cech, celów i rozwiązań opracowanie kompleksowego protokołu oceny takich aplikacji nie jest ani wykonalne, ani konstruktywne. Niemniej jednak ważne jest, aby użytkownicy mieli zaufanie do funkcjonalności oferowanych rozwiązań. Aby to zapewnić, pozostawiając jednocześnie swobodę w zakresie rozwoju, ICAR proponuje weryfikację oświadczeń

dotyczących rozwiązań przeznaczonych do użytku innego niż oficjalna ocena użytkowości mlecznej zgodnie z procedurą określoną w punkcie 4.

6.2 Zalecenia dotyczące zapewnienia jakości próbek mleka

Obowiązują te same zalecenia, co w przypadku weryfikacji systemów do analizy mleka w gospodarstwie, patrz punkt 4.1.2.

6.3 Cechy użytkowe, które należy poddać analizie

W zależności od oświadczenia, plan weryfikacji może dotyczyć:

- W przypadku metod jakościowych: przenoszenie, czułość, specyficzność, odporność, łatwość obsługi.
- W przypadku metod ilościowych: zakres, zero/puste pola, powtarzalność, odtwarzalność w obrębie laboratorium lub między urządzeniami, przenoszenie, dokładność, odporność, łatwość obsługi.

7. Certyfikacja w celu zatwierdzenia lub weryfikacji

Proces certyfikacji przebiega zgodnie z wytycznymi ICAR sekcja 11.

Należy zauważyć, że weryfikacja (sekcja 12) = certyfikacja sekcja 11.

7.1 Przyznawanie certyfikatów

Certyfikacja ICAR stanowi ostatni etap procesu testowania i certyfikacji systemów do analizy mleka przez ICAR.

Pozytywny wynik badania weryfikacyjnego ICAR zostanie przedstawiony wraz z certyfikatem ICAR potwierdzającym przydatność ocenianego systemu do analizowania mleka do stosowania w oficjalnej ocenie użytkowości mlecznej.

Pozytywny wynik badania weryfikacyjnego ICAR zostanie przedstawiony wraz z certyfikatem ICAR potwierdzającym możliwość stosowania ocenianego systemu do analizy mleka do oficjalnej oceny użytkowości mlecznej.

Pod warunkiem, że system jest użytkowany zgodnie z instrukcją obsługi producenta oraz obowiązującymi wytycznymi dotyczącymi zapewnienia jakości analitycznej.

Certyfikat będzie wskazywał obszar zastosowania, dla którego analizator został poddany ocenie (gatunki zwierząt, składnik/cecha, zakresy stężeń itp.).

7.2 Warunki korzystania z certyfikatów ICAR

Certyfikacja ICAR wymaga od wnioskodawcy spełnienia szeregu warunków.

Certyfikacja obejmuje stały nadzór nad wykorzystaniem certyfikatów ICAR w przestrzeni publicznej oraz w informacjach przekazywanych przez wnioskodawcę i inne podmioty, nad procesem produkcji i funkcjonowaniem produktu. ICAR może przeprowadzać audyty u wnioskodawcy w celu sprawdzenia, czy spełnione są warunki przyznania i/lub utrzymania certyfikatu lub zaświadczenia ICAR. . W tym celu wnioskodawca powinien zapewnić dostęp do pomieszczeń, pracowników, dokumentów i nośników danych zgodnie z żądaniem ICAR i wyznaczonych przez ICAR audytorów. W ramach audytu ICAR będzie przestrzegać zasad poufności.

7.3 Modyfikacje certyfikowanych systemów do analizy mleka

W przypadku modyfikacji certyfikowanego systemu do analizy mleka w zakresie sprzętu, oprogramowania i/lub instrukcji obsługi, która może mieć wpływ na wyniki pomiarów lub uzasadnienie certyfikowanego przez ICAR oświadczenia, wnioskodawca jest zobowiązany zgłosić modyfikację(-e) do ICAR. ICAR skonsultuje się z ekspertami i przedstawi wnioskodawcy wymagany plan działania. W stosownych przypadkach wnioskodawca zwraca się do ICAR z prośbą o przegląd modyfikacji urządzenia lub metody, korzystając z normalnej procedury składania wniosków o przeprowadzenie testów. Ponowne badanie, które może obejmować przegląd dokumentacji, test modyfikacji lub pełny test, będzie zarządzane przez ICAR na podstawie umowy, tak jak w przypadku testowania nowego systemu do analizy mleka lub wniosku dotyczącego tego systemu.

7.4 Roczny raport

Co roku sekretariat ICAR kontaktuje się z wnioskodawcą certyfikowanego urządzenia lub oświadczenia w celu potwierdzenia, które z przedmiotowych systemów do analizy mleka są nadal sprzedawane i/lub eksploatowane w różnych krajach, oraz w celu zgłoszenia wszelkich zmian, które nastąpiły od czasu poprzedniego raportu.

a. Nazwy i modele certyfikowanych przez ICAR systemów do analizy mleka lub opis certyfikowanego przez ICAR oświadczenia;
b. Wszelkie modyfikacje wprowadzone w dowolnym lub wszystkich systemach do analizy mleka posiadających certyfikat ICAR lub zmiany w oświadczeniach;
c. Inne przedsiębiorstwa posiadające prawo do użytkowania/produkcji przedmiotowych certyfikowanych systemów do analizy mleka lub korzystające

z zastrzeżonego znaku towarowego oraz nazwy, pod którymi są one sprzedawane;

d. Lista krajów, w których sprzedawane są systemy do analizy mleka;

Szablon raportu dla producentów urządzeń posiadających certyfikat ICAR i systemów czujników zatwierdzonych przez ICAR jest dostępny w sekretariacie ICAR.

Wnioskodawca musi podpisać dokument i przedłożyć go sekretariatowi ICAR w terminie podanym przez ICAR. ICAR zorganizuje przegląd rocznych sprawozdań przedłożonych przez wnioskodawców. W przypadku wcześniej niezgłoszonych modyfikacji lub wystarczających dowodów na problemy z urządzeniem, ICAR skontaktuje się z wnioskodawcą w celu uzyskania odpowiedzi i podjęcia działań.

7.5 Wygaśnięcie i przedłużenie certyfikatów

Certyfikaty ICAR są ważne przez okres 5 lat od daty wydania. Wnioskodawca może wystąpić o przedłużenie ważności certyfikatu, postępując zgodnie z obowiązującymi procedurami ICAR.

W przypadku wniosku o przedłużenie ICAR dokładnie rozpatrzy treść rocznych sprawozdań, wyniki audytu, zgłoszone zmiany oraz wszelkie inne informacje przekazane przez wnioskodawcę lub uzyskane z innych źródeł.

Sekretariat ICAR poinformuje wnioskodawcę o decyzji dotyczącej przedłużenia w ciągu 3 miesięcy i, w stosownych przypadkach, wyda certyfikat przedłużenia.

7.6 Zawieszenie, ograniczenie zakresu i cofnięcie certyfikatów

W przypadku wystarczających dowodów na niezgodność, ICAR skontaktuje się z wnioskodawcą w celu uzyskania odpowiedzi i podjęcia działań naprawczych. Niespełnienie warunków może prowadzić do zawieszenia, ograniczenia zakresu lub cofnięcia certyfikatu ICAR.

7.7 Bibliografia

International Dairy Federation. International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories. Bulletin of the IDF 342:1999.

ISO 8196-1:2009|IDF 128-1:2009 – Milk - Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis - Part 1: Analytical attributes of alternative methods. International Organization for Standardization/International Dairy Federation. 2009.

ISO 8196-2:2009|IDF 128-2:2009 – Milk - Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis - Part 2: Calibration and quality control in the dairy laboratory. International Organization for Standardization/International Dairy Federation. 2009.

ISO 8196-3:2022|IDF 128-3:2022 – Milk - Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis - Part 3: Protocol for the evaluation and validation of alternative quantitative methods of milk analysis. International Organization for Standardization/International Dairy Federation. 2022.

ISO 9622:2013|IDF 141:2013 – Milk and liquid milk products – Guidelines for the application of mid-infrared spectrometry. International Organization for Standardization/International Dairy Federation. 2013.

ISO 13366-2:2006|IDF 148-2:2006 – Milk– Enumeration of somatic cells - Part 2: Guidance on the operation of fluoro-opto-electronic counters. International Organization for Standardization/International Dairy Federation. 2006.

ISO 13528:2022 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison. International Organization for Standardization. 2023.

ISO 17034:2016 - General requirements for the competence of reference material producers. International Organization for Standardization. 2016.

ISO/IEC 17043:2023 - Conformity assessment - General requirements for the competence of proficiency testing providers. International Organization for Standardization. 2023.

ISO Guide 33:2015 - Reference materials – Good practice in using reference materials. International Organization for Standardization. 2015.

8. Załącznik A: Zapewnienie jakości analitycznej

8.1 Metody referencyjne, materiały odniesienia

Przegląd metod referencyjnych znajduje się w załączniku B.

Materiały odniesienia wykorzystywane do celów analitycznych DHI powinny być wytwarzane w warunkach zapewnienia jakości, zgodnie z normami międzynarodowymi lub, w przypadku ich braku, zgodnie z międzynarodowymi wytycznymi lub porozumieniami:

a. ISO 17034

b. ISO Guide 33403.

Wybór dostawców usług w zakresie zapewnienia jakości analitycznej (AQA) – tj. materiałów referencyjnych i badań biegłości – należy dokonywać ostrożnie. Dostawcy usług powinni działać w ramach systemu zapewnienia jakości i być w stanie przedstawić na to udokumentowane dowody. Dostawcy usług powinni poddawać się okresowym niezależnym audytom, tj. przeprowadzanym przez stronę trzecią, w celu oceny zgodności ich systemu zapewnienia jakości. Audyty te mogą być przeprowadzane przez osoby dokonujące oceny akredytacyjnej, komisje przedstawicieli użytkowników, ekspertów działających w imieniu krajowej organizacji DHI, pod warunkiem że ich kompetencje i niezależność są zagwarantowane, a audyty są przeprowadzane zgodnie z zaleceniami ISO i ILAC.

8.2 Kontrola jakości w rutynowej analizie mleka

Należy monitorować skuteczność metod badawczych. Więcej informacji na ten temat można znaleźć w normie ISO 8196-2|IDF 128-2.

8.3 Kontrola wewnętrzna

Niezależnie od parametru, wewnętrzna kontrola jakości metod analitycznych jest warunkiem koniecznym uzyskania prawidłowych wyników. W przypadku istnienia określonych norm należy je stosować dla:

a. Tłuszczu, (właściwego) białka, laktozy i mocznika (spektrometria w podczerwieni średniej): ISO 9622 | IDF 141;
b. Liczby komórek somatycznych: ISO 13366-2 | IDF 148-2.

Zgodnie z normą ISO 8196 | IDF 128 główne kontrole jakości dotyczą:

a. Powtarzalności
b. Codziennej i krótkookresowej stabilności urządzenia;
c. Kalibracji

W celu sprawdzenia powtarzalności oraz stabilności codziennej i krótkoterminowej należy zastosować próbki mleka pilotażowego o przypisanych wartościach odpowiedniej jakości (stabilność, jednorodność, wartości przypisane zgodne z międzynarodowymi normami lub materiałami referencyjnymi).

Ponadto zaleca się regularne sprawdzanie:

a. Efektu przeniesienia (wszystkie metody)
b. Liniowości (wszystkie metody ilościowe);

c. Ustawianie zera (wszystkie metody ilościowe, jeśli mają zastosowanie);
d. Homogenizacji (metody wykorzystujące promieniowanie podczerwone z użyciem homogenizatora);

Tabela 5 Minimalne częstotliwości i limity kontroli wewnętrznych.

Kontrole	Częstotliwość	Tłuszcz/ (właściwe) białko/ laktoza (g/100g)	Mocznik (mg/100g)	Liczba komórek somatycznych (%)*
Odchylenie standardowe dla powtarzalności (sr)	Codziennie	0.014 (lab) 0.035 (w gospodarstwie)	1.4 (lab) 3.5 (w gospodarstwie)	4 (lab) 10 (w gospodarstwie)
Stabilność dzienna/krótkoterminowa Odchylenie standardowe powtarzalności wewnętrznej (sRintra)	>3 godziny (laboratorium) codziennie (w gospodarstwie)	±0.05 (lab) ±0.12 (w gospodarstwie)	2.0 (lab) 5.0 (w gospodarstwie)	8.000 kom/ml (lab) 20.000 kom/ml (w gospodarstwie)
Zerowanie	>4/dzień (laboratorium) codziennie (w gospodarstwie)	±0.03 (lab) ±0.07 (w gospodarstwie)		8.000 kom/ml (lab) 20.000 kom/ml (w gospodarstwie)
Osprzęt instrumentalny (jeśli dotyczy) Homogenizacja (procent)	Co miesiąc	1 (lab)		Jeśli ma zastosowanie
Limit efektu przeniesienia Lc (procent)	Co miesiąc	1 (lab)		2 (lab)
Współczynnik liniowości De/DL (procent)	Kwartalnie	1 (lab)	2 (lab)	2 (lab)
Kontrola kalibracji Średnie odchylenie	Co miesiąc	±0.05 (lab) ± 0.12 (w gospodarstwie)		±5.000 kom/ml (lab) ±12.500 kom/ml (w gospodarstwie)
Sprawdzenie kalibracji Nachylenie	Co miesiąc	1.00±0.03 (lab)		1.00±0.05 (lab)

		1.00±0.07 (w gospodarstwie)		1.00±0.12 (w gospodarstwie)

∗ O ile nie określono inaczej

Uwaga 1: W przypadku wysokiego stężenia tłuszczu i białka (mleko bawolic, owiec oraz niektórych gatunków krów i kóz) można ustalić dostosowane limity powtarzalności i krótkoterminowej stabilności proporcjonalnie do średniego poziomu dla mleka krowiego.

Uwaga 2: Wskazane limity oparte są na protokole weryfikacji analizatora mleka do celów oficjalnej oceny użytkowości mlecznej oraz normie ISO 8196-3|IDF 128-3.

Objaśnienie dotyczące wewnętrznych kontroli

Powtarzalność: Kontrola powtarzalności wskazuje, czy analizator działa stabilnie. Powtarzalność ocenia się podczas uruchamiania każdego systemu analizatora na podstawie 10-krotnej powtarzalnej analizy jednej (pilotażowej) próbki mleka. Podczas rutynowych badań można przeprowadzić regularny test poprzez powtórzenie analizy próbki pilotażowej. Szacunkowa wartość odchylenia standardowego powtarzalności powinna mieścić się w określonych granicach.

Stabilność dzienna/krótkoterminowa: Codziennie i regularnie w ciągu dnia roboczego można wykorzystywać próbki kontrolne do sprawdzania działania przyrządów przy jednym lub kilku poziomach stężenia. Różnice w stosunku do przypisanych wartości nie powinny przekraczać określonych limitów.

Zerowanie: W przypadku przyrządów na podczerwień i niektórych innych systemów analitycznych konieczne jest okresowe płukanie układu przepływowego i sprawdzanie „wartości zerowej” w celu wykrycia zanieczyszczeń na ściankach komórek pomiarowych i/lub (w zależności od przyrządu) wykrycia ewentualnych odchyleń sygnału podstawowego.

Homogenizacja (dotyczy wyłącznie urządzeń na podczerwień): W przypadku analizy przy użyciu urządzeń na podczerwień naturalna wielkość cząsteczek tłuszczu ma duży wpływ na pomiar zawartości tłuszczu, dlatego przed pomiarem stosuje się homogenizację w celu zmniejszenia wielkości cząsteczek tłuszczu. Nieefektywna homogenizacja powoduje słabą powtarzalność i odchylenia sygnału.

Przeniesienie: W przypadku kolejnych próbek o znacznych różnicach stężenia składników wynik dla danej próbki mógł zostać zaburzony przez poprzednią próbkę mleka, np. przez pozostałości mleka w układzie przepływowym lub zanieczyszczenia spowodowane przez mieszadło i pipetę. Błąd stanowi część różnicy stężenia w stosunku do poprzedniej próbki. Ogólny efekt przeniesienia powinien być zminimalizowany, nie powinien przekraczać określonych limitów, a gdy jest stabilny, można go skorygować w ramach rutynowej pracy poprzez zastosowanie współczynników kompensacji przeniesienia.

Liniowość: Wymagane są określone zestawy próbek obejmujące cały zakres stężeń, aby sygnał pomiarowy przyrządu był proporcjonalny do stężenia mierzonego składnika. Odchylenie procentowe można oszacować na podstawie stosunku (zakres obserwowanych reszt) x 100 /(zakres poziomów).

Średnie odchylenie: Reprezentatywne próbki mleka są wykorzystywane do sprawdzenia wiarygodności kalibracji na średnim poziomie oraz do wskazania, czy wystąpiło jakiekolwiek odchylenie spowodowane zmianami w składzie mleka lub postępującym zużyciem przyrządów.

Nachylenie: Przygotowuje się określone zestawy próbek (kalibracyjnych) w celu pokrycia całego zakresu poziomów i sprawdzenia, czy nachylenie mieści się w podanych granicach. Im większy zakres stężeń w rutynowych próbkach, tym większy błąd dla wartości skrajnych w przypadku nieodpowiedniego dostosowania nachylenia.

8.4 Kontrola zewnętrzna

Należy przeprowadzać okresowe kontrole prawidłowości poprzez zewnętrzne porównania, albo poprzez indywidualne porównania z analizą referencyjną, albo poprzez udział w testach biegłości. Zalecana minimalna częstotliwość to 2 razy w roku, przy co najmniej 12 próbkach na cykl.

Testy biegłości należy organizować w warunkach zapewniających wysoką jakość, zgodnie z normami międzynarodowymi lub, w przypadku ich braku, zgodnie z międzynarodowymi wytycznymi lub porozumieniami:

a. ISO 17043 Conformity assessment — General requirements for the competence of proficiency testing providers

b. International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories. (IDF Bulletin 342:1999).
c. ISO 13528 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison

Uwaga:

W przypadku pomiaru parametrów oceny użytkowości mlecznej za pomocą systemów do analizy mleka stosowanych w gospodarstwie można wykorzystać mleko zbiorcze od stada, pobrane tuż przed dostawą do mleczarni. Wyniki własnych badań mleka zbiorczego stada można porównać z danymi laboratoryjnymi uzyskanymi z próbki mleka opłaconego. Takie porównania należy przeprowadzać co najmniej raz w tygodniu, przy czym łączne wyniki z ostatnich 12 pobrań mleka muszą stale spełniać limity określone w tabeli 6. Przykładowy arkusz wyników z obliczonymi wartościami średniego odchylenia i odchylenia standardowego różnic znajduje się w tabeli 7.

Tabela 6 Limity dla kontroli zewnętrznych z wykorzystaniem systemów do analizy mleka w celu rejestrowania parametrów mleka. Limity mają zastosowanie do każdej serii wyników z ostatnich 12 kolejnych pobranych próbek mleka zbiorczego ze stada lub pojedynczych próbek mleka próbnego, przy czym co najmniej jedna próbka jest analizowana co trzy dni.

Parametr	Tłuszcz/ (prawdziwe) białko/ laktoza (g/100g)	Mocznik (mg/100g)	Liczba komórek somatycznych (%)**
Średnie odchylenie	±0.05 (lab) ±0.12 (at- line/in-line)	±1.2 (lab) ±3.0 (at- line/in-line)	± 5.000 kom/ml (lab) ± 12.5000 kom/ml (at-line/in line)
Odchylenie standardowe różnic*	0.05 (lab) 0.11 (at-line/in-line)	5.0 (lab) 12 (at-line/in-line)	8 (lab) 20 (at-line/in-line)

* Jak pokazano w tabeli 4 odchylenie standardowe różnicy nie jest takie samo jak odchylenie standardowe dokładności $s_{y,x}$.

** Jeśli nie określono inaczej.

Tabela 7 Przykładowe obliczenia zawartości tłuszczu dla analizatora mleka w gospodarstwie.

Numer próbki	Wyniki uzyskane w gospodarstwie (g/100g)	Wyniki uzyskane w gospodarstwie (g/100g)	Różnice (g/100g)	Średnie odchylenie	Różnice standardowe
1	4,17	4,11	0,06	-	-
2	4,15	4,07	0,08	-	-
3	4,05	4,09	-0,04	-	-
4	4,21	4,11	0,10	-	-
5	3,92	4,08	-0,16	-	-
6	4,05	4,05	0,00	-	-
7	4,00	4,04	-0,04	-	-
8	4,31	4,11	0,20	-	-
9	3,92	4,08	-0,16	-	-
10	3,92	4,10	-0,18	-	-
11	3,95	4,06	-0,11	-	-
12	3,95	4,10	-0,15	-0,33	-0,12*
13	3,95	4,11	-0,16	-0,05	-0,12*
14	3,92	4,08	-0,16	-0,07	-0,12*
15	3,95	4,15	-0,20	-0,09	-0,12*
16	4,25	4,06	0,19	-0,08	-0,13*
17	3,95	4,20	-0,25	-0,09	-0,14*
18	3,95	4,23	-0,28	-0,11	-0,15*
19	3,97	4,23	-0,26	-0,13*	-0,15*
20	3,98	4,23	-0,25	-0,16*	-0,12*

* Niezgodność z limitem

8.5 Prowadzenie ewidencji danych kontrolnych

Każdy użytkownik systemu do analizy mleka, niezależnie od tego, czy jest to laboratorium, czy użytkownik w gospodarstwie rolnym, powinien prowadzić szczegółową dokumentację zarówno kontroli wewnętrznych, jak i zewnętrznych. Data, identyfikacja systemu analizatora mleka, rodzaj kontroli, próbki użyte do kontroli, wyniki badań i ewentualne działania następcze powinny być zapisywane w plikach, które należy archiwizować przez co najmniej dwa lata. Dane te należy udostępniać zewnętrznym organom nadzorczym lub audytorom z organizacji zajmującej się rejestracją mleka lub z innego wyznaczonego podmiotu na ich żądanie.

9. Załącznik B: Metody referencyjne

Tłuszcz:	ISO 23318|IDF 249 – Mleko, produkty mleczne w proszku i śmietanka – Oznaczanie zawartości tłuszczu – Metoda grawimetryczna; lub AOAC 989.05 – Tłuszcz w mleku: zmodyfikowana metoda ekstrakcji eterem Mojonniera
Białko	ISO 8968-1|IDF 20-1 – Mleko i przetwory mleczne – Oznaczanie zawartości azotu – Część 1: Metoda Kjeldahla i obliczenia białka nieprzetworzonego; lub AOAC 991.20 – Azot (ogólny) w mleku: metody Kjeldahla
Białko właściwe	ISO 8968-1|IDF 20-1 – Mleko i produkty mleczne – Oznaczanie zawartości azotu – Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczenia białka nieprzetworzonego; lub AOAC 991.20 – Azot (ogółem) w mleku: metody Kjeldahla; oraz ISO 8968-4|IDF 20-4 – Mleko i produkty mleczne – Oznaczanie zawartości azotu – Część 4: Oznaczanie zawartości azotu białkowego i niebiałkowego oraz obliczanie rzeczywistej zawartości białka (metoda referencyjna); lub AOAC 991.21 – Azot niebiałkowy w mleku pełnym: metoda Kjeldahla
Laktoza	ISO 22662|IDF 198 – Mleko i produkty mleczne – Oznaczanie zawartości laktozy metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (metoda referencyjna)
Mocznik	ISO 14637|IDF195 – Mleko – Oznaczanie zawartości mocznika – Metoda enzymatyczna wykorzystująca różnicę pH (metoda referencyjna)
Liczba komórek somatycznych	ISO 13366-1|IDF 148-1 – Mleko – Oznaczanie liczby komórek somatycznych – Część 1: Metoda mikroskopowa (metoda referencyjna)