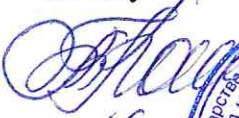


НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ
РЕСПУБЛИКАНСКОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ ПО ПРО-
ДОВОЛЬСТВУЮ»

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
по науке БелГИМ


Т.А. Коломиец
« 16 » _____ 2014г.



УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор РУП
«Научно-практический центр
Национальной академии наук
Беларуси по продовольствию»


З.В. Ловкис
« 16 » _____ 2014г.



ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИНУЛИНА/ОЛИГОФРУКТОЗЫ
В ОБОГАЩЕННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

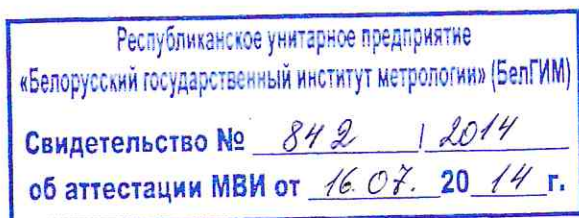
МВИ. МН 4967-2014

РАЗРАБОТАНО

Республиканский контрольно-
испытательный комплекс по качеству
и безопасности продуктов питания
РУП «Научно-практический центр
Национальной академии наук Беларуси
по продовольствию»

Начальник РКИК


И.М. Почицкая
« 16 » _____ 2014 г.



Минск 2014 г.

1 Область применения и принцип определения

Настоящая методика распространяется на пищевые продукты (мучные и сахаристые кондитерские изделия, макаронные, крупяные изделия, напитки, соковая, плодоовощная, молочная продукция), обогащенные инулином или олигофруктозой (пищевым волокном).

Инулин и олигофруктоза относятся к группе фруктанов, представляющие собой линейные олиго- и полимеры фруктозы. Некоторые молекулы имеют на конце глюкозное звено. Фруктаны характеризуются степенью полимеризации - числом фруктозных звеньев в цепи, обозначаемых «DP, n». Инулин это фруктан со степенью полимеризации от 10 до 60, олигофруктоза – от 2 до 10. В промышленных масштабах производят две группы инулина – нативный (стандартный) и длинноцепочечный. Инулин представляет собой белый порошок без запаха, имеет нейтральный вкус без неприятных привкусов и послевкусия. Нативные инулины имеют слегка сладкий вкус (коэффициент сладости 10 % в сравнении с раствором сахарозы с коэффициентом сладости 100 %), длинноцепочечные инулины полностью лишены сладости. Олигофруктозу производят в виде сухого порошка или жидкости. Она имеет нейтральный умеренно сладкий вкус (30 % от сладости сахарозы), без послевкусия.

Инулин и олигофруктоза под действием кислоты при повышенных температурах расщепляются на фруктозу и глюкозу. Количество фруктозы, образовавшейся из инулина или олигофруктозы пропорционально количеству инулина/олигофруктозы, содержащихся в пробе.

Определение инулина/олигофруктозы основано на определении содержания фруктозы до и после кислотного гидролиза пробы. Фруктозу, определенную до кислотного гидролиза пробы считают свободной и определяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием.

Если продукт содержит сахарозу, то ее количество также определяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием и при расчете содержания фруктозы, образовавшейся из инулина/олигофруктозы, учитывают фруктозу, образовавшуюся при гидролизе из сахарозы.

Стадии определения свободной фруктозы и сахарозы в пробе:

- экстракция углеводов смесью этанол-вода (1:1);
- очистка полученного экстракта реактивами Карреза I и Карреза II;
- определение их содержания методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием;
- расчет содержания свободной фруктозы;
- расчет содержания сахарозы;
- расчет количества фруктозы, образующейся из сахарозы в дальнейшем после проведения гидролиза пробы.



Стадии определения общей фруктозы в пробе:

- проведение кислотного гидролиза экстракта пробы, подготовленной к определению свободной фруктозы и сахарозы;
- определение ее методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием;
- расчет количества общей фруктозы.

Далее рассчитывают количество фруктозы, образовавшейся из инулина/олигофруктозы, для этого от общей фруктозы вычитают свободную фруктозу и фруктозу из сахарозы.

Для расчета содержания инулина/олигофруктозы, полученное значение фруктозы, образовавшейся из инулина/олигофруктозы, умножают на коэффициент, учитывающий их глюкозную часть и потерю воды в процессе гидролиза.

Диапазон определяемых содержаний инулина/олигофруктозы составляет от 0,10 % до 50,0%. Нижний предел количественного определения (LOQ) составляет 0,10 %.

2 Показатели прецизионности методики

Относительные значения показателей прецизионности (повторяемости, промежуточной прецизионности и их пределов) представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Относительные значения показателей прецизионности (повторяемости, промежуточной прецизионности и их пределов)

Наименование компонента	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r , % отн.	Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение прецизионности с изменяющимся фактором «время+оператор»), $\sigma_{I(TO)}$, % отн.	Предел повторяемости (для двух результатов единичных наблюдений) r , % отн.	Предел промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором «время + оператор» $r_{I(TO)}$, % отн.
Инулин/олигофруктоза	8,2	9,0	23,0	25,2

Указанные метрологические характеристики получены на основании данных эксперимента, проведенного в одной лаборатории в соответствии с СТБ ИСО 5725-2, СТБ ИСО 5725-3.

Правильность методики оценивалась с помощью расчета 95 %-ного доверительного интервала для лабораторного смещения в соответствии с СТБ ИСО 5725-4-2002 , которое было признано незначимым.



3 Аппаратура, материалы, реактивы

Жидкостной хроматограф с рефрактометрическим детектором «Agilent 1200» и аналитической хроматографической колонкой Zorbax NH₂, заполненной силикагелем с привитыми аминопропилсилановыми группами (4,6 x 250 мм, 5 мкм)

Весы лабораторные электронные «Sartorius» CP 225D высокого класса точности с диапазоном взвешивания от 0,0001 до 220,0000 г, погрешностью взвешивания 0,0003 г

Гомогенизатор Laboratory Blender «Waring» 8010ES

Кофемолка

Баня водяная шестиместная GFL 1031, обеспечивающая поддержание температуры в диапазоне от 40,0 °С до 100,0 °С с погрешностью поддержания температуры ± 2,0 °С

Часы с сигнальным устройством по ГОСТ 3145

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-20 по ГОСТ 29227

Воронки В-25-38 ХС или В-56-80 ХС по ГОСТ 25336

Стаканы химические В-1-50-ТС, В-1-250-ТХС, Н-2-1000-ТС по ГОСТ 25336

Колбы конические Кн-1-50, 1-250 по ГОСТ 25336

Цилиндры мерные 3-100-2, 3-1000-2 по ГОСТ 1770

Фильтры съемные мембранные из регенерированной целлюлозы диаметром d=47 мм, диаметром пор d_{пор}=0,45 мкм

Фильтры съемные мембранные из регенерированной целлюлозы диаметром пор 0,20 мкм.

Шприц медицинский вместимостью 5 или 2 см³

Устройство для фильтрования жидкостей под вакуумом с платформой для фильтра диаметром d=47 мм

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

Кондиционер KFR-50 GW, автоматический режим: охлаждение/обогрев; максимальный воздушный поток: 11,33 м³/мин; мощность - 5000 Вт

Фруктоза, производитель Sigma-Aldrich, CAS № 57-48-7, содержание основного вещества не менее 99,0 %

Сахароза производитель Sigma-Aldrich, CAS № 57-50-1, содержание основного вещества не менее 99,0 %

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии

Калий железистосинесинеродистый 3-водный, ч.д.а по ГОСТ 4207

Цинк уксуснокислый 2-водный, ч.д.а по ГОСТ 5823

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180

Кислота уксусная, х.ч. по ГОСТ 61

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300



Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Допускается использование другой (в том числе импортной) аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

4 Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха при приготовлении растворов $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- температура воздуха при выполнении измерений $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84,0-106,7)$ кПа;
- относительная влажность воздуха – $(65 \pm 15) \%$;
- напряжение питающей сети (230 ± 10) В;
- частота переменного тока $(50 \pm 0,4)$ Гц.

5 Требования безопасности

При выполнении работ необходимо соблюдать требования:

- электробезопасности по ГОСТ 12.2.003;
- пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на средства измерений и оборудование, применяемое при проведении измерений:

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие настоящую методику и инструкцию по эксплуатации жидкостного хроматографа.

7 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: приготовление растворов, отбор и подготовка пробы, настройка хроматографа, выполнение начальной градуировки или контроль градуировочных графиков.

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление реактивов Карреза

Реактив Карреза I: взвешивают $(10,600 \pm 0,001)$ г калия железистосинеродистого 3-водного, растворяют в $(20 - 30)$ см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100





Таблица 2 – Схема приготовления рабочих двухкомпонентных градуировочных растворов.

Номер раствора	Объем основного градуировочного раствора фруктозы, см ³	Объем основного градуировочного раствора сахарозы, см ³	Массовая концентрация фруктозы, мг/см ³	Массовая концентрация сахарозы, мг/см ³	Объем рабочего градуировочного раствора, см ³
1	10,0	20,0	10,0	20,0	100
2	5,0	10,0	5,0	10,0	100
3	2,5	5,0	2,5	5,0	100
4	2,0	2,5	2,0	2,5	100
5	1,0	1,0	1,0	1,0	100

Для проведения градуировки используют свежеприготовленные растворы.

7.2 Подготовка хроматографа к работе и установление градуировочной характеристики

Жидкостной хроматограф подготавливают к работе в соответствии с инструкциями фирмы-производителя оборудования и параметрами, указанными в таблице 3.

Таблица 3 – Условия хроматографического анализа

Наименование параметра	Количественное значение параметра
Температура термостата колонки	$(40 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$
Температура термостата ячейки детектора	$(35 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$
Объем вводимой пробы	20 мкл
Скорость потока элюента	1,0 мл/мин
Изократическое элюирование: ацетонитрил: вода	80 : 20

Полученные по п. 7.1.5.2 рабочие градуировочные растворы фруктозы и сахарозы хроматографируют дважды, начиная с самой низкой концентрации. Ориентировочное время удерживания фруктозы составляет $(4,7 \pm 0,5)$ мин, сахарозы $(9,2 \pm 0,5)$ мин. Хроматограммы градуировочного раствора и анализируемой пробы представлены в Приложении Б.

Для каждого углевода (фруктозы и сахарозы) строят отдельный градуировочный график зависимости площади пика от соответствующей концентрации углевода в рабочем градуировочном растворе.

По полученным данным рассчитывают коэффициенты регрессии $y=a+bx$ методом наименьших квадратов.



Для проведения гидролиза инулина/олигофруктозы в коническую колбу вместимостью 50 см³ отбирают 10 см³ фильтрата пробы, прибавляют 10 см³ 2%-го раствора щавелевой кислоты. Колбу помещают на водяную баню, нагретую до 100 °С, и выдерживают в течение 60 мин. По истечении времени гидролиза раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют 5 см³ ацетонитрила и доводят объем до метки смесью этанол: вода (1:1). Затем раствор перемешивают и фильтруют в хроматографическую вials с помощью медицинского шприца через мембранный фильтр из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,2 мкм. Полученный фильтрат хроматографируют и определяют в нем массовую концентрацию общей фруктозы (C₃). Если полученные значения выходят за градуировочный диапазон, то соответственно подбирают объем пробы на гидролиз и разбавление.

8 Выполнение измерений

Анализ полученных по п. 7.4 фильтратов проб проводят на жидкостном хроматографе. Условия хроматографирования такие же, как и при построении градуировочных графиков фруктозы и сахарозы. Определяют концентрации свободной фруктозы (C₁), сахарозы (C₂) и общей фруктозы (C₃).

Проводят анализ 2-х параллельных проб исследуемого образца. Если массовая концентрация определяемого компонента в хроматографируемой пробе превышает градуировочный диапазон, пробу разбавляют, подбирая коэффициент разбавления таким образом, чтобы полученное значение массовой концентрации компонента находилось в градуировочном диапазоне и повторяют измерение.

9 Обработка результатов измерений

Массовую долю свободной фруктозы (X₁), сахарозы (X₂) в % рассчитывают по уравнению:

$$X_{(1,2)} = \frac{C_{(1,2)} \times V_1}{m} \cdot 10^{-1}, \quad (1)$$

где: C₁ – массовая концентрация свободной фруктозы, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

C₂ – массовая концентрация сахарозы, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

V₁ – общий объем экстракта пробы, 25 см³;

m – масса навески, г;

10⁻¹ – коэффициент пересчета единиц измерения: мг/г в %.

Массовую долю общей фруктозы (X₃) в % рассчитывают по уравнению:



$$X_3 = \frac{C_3 \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \cdot 10^{-1} \quad (2)$$

где: C_3 – массовая концентрация общей фруктозы, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

V_1 – общий объем экстракта пробы, 25 см³;

V_2 – объем аликвоты экстракта отобранный на гидролиз, 10 см³;

V_3 – объем экстракта пробы после гидролиза, 25 см³;

m – масса навески, г;

10^{-1} – коэффициент пересчета единиц измерения: мг/г в %.

Массовую долю фруктозы (Y), полученной при гидролизе сахарозы в % рассчитывают по формуле:

$$Y = \frac{X_2}{1,9}, \quad (3)$$

где: X_2 – массовая доля сахарозы, %;

1,9 – коэффициент, учитывающий фруктозную часть сахарозы [21]..

Массовую долю фруктозы (X), выделенной из инулина/олигофруктозы, в % рассчитывают по формуле:

$$X = X_3 - X_1 - Y \quad (4)$$

Для учета глюкозной части инулина/олигофруктозы и потери воды в процессе гидролиза делают соответствующую поправку (k). Массовую долю инулина/олигофруктозы (I) рассчитывают по формуле :

$$I = k \times X \quad (5)$$

где: X – массовая доля фруктозы, выделенная из инулина/олигофруктозы, в %;

k – коэффициент равный 1,1 [21].

Вычисления проводят до третьего знака после запятой и округляют до второго в диапазоне от 0,10 % до 1,00 %; в диапазоне свыше 1,00 % - до второго знака после запятой и округляют до первого.

Оперативный контроль повторяемости проводят согласно п.11.1. За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений (6), относительное расхождение между которыми не превышает значений (r), указанных в таблице 1.

$$\bar{I} = \frac{I_I + I_{II}}{2}, \quad (6)$$

где: I_I – результат первого параллельного определения;

I_{II} – результат второго параллельного определения.



10 Оформление результатов

Результаты определения оформляют по форме, установленной в лаборатории.

Результаты должны включать следующую информацию:

- наименование (номер) пробы;
- дату проведения измерения;
- результаты параллельных определений;
- окончательный результат определений;
- фамилию оператора.

Результат измерений может быть представлен в виде:

$$(\bar{I} \pm U), \quad (7)$$

(при доверительной вероятности $P=0,95$ и коэффициенте охвата 2)

где $\bar{I}$ – среднеарифметическое значение результата измерений, %;

U – значение расширенной неопределенности результата измерений, %, рассчитываемое согласно Приложению Г.

Если значение массовой доли инулина/олигофруктозы в одной из параллельных проб оказывается меньше нижнего предела измерения методики, дается односторонняя оценка результата измерений в виде:

$$I < I_{LOQ}, \quad (8)$$

где I_{LOQ} – нижний предел измерения методики.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Оперативный контроль повторяемости

Контроль повторяемости результатов измерений проводят путем сравнения относительного расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, выраженного в процентах (r_k) с пределом повторяемости r (для двух результатов единичных наблюдений), приведенного в таблице 1.

$$r_k = \frac{(I_1 - I_2)}{I_{cp}} \cdot 100 \leq r, \quad (9)$$

где: r_k – найденное расхождение между двумя результатами единичных наблюдений, % отн;

I_1, I_2 – результаты параллельных измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, %;

I_{cp} – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, %;

r – предел повторяемости для двух результатов единичных наблюдений, % отн, приведенный в таблице 1.



Если условие (9) не выполняется, процедуру контроля повторяют. При повторном превышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры по их устранению.

11.2 Контроль промежуточной прецизионности

Контроль промежуточной прецизионности выполняют периодически в соответствии с Руководством по качеству лаборатории согласно требованиям СТБ ИСО 5725-6-2002: выполнение испытаний разными операторами, в разное время.

Проверку приемлемости результатов измерений проводят путем сравнения расхождения между результатами измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, выраженного в процентах ($r_{ki(TO)}$), с пределом промежуточной прецизионности ($r_{l(TO)}$), приведенным в таблице 1.

$$r_{ki(TO)} = \frac{(I_I - I_{II})}{\overline{I_{cp}}} \times 100 \leq r_{l(TO)}, \quad (10)$$

где: $r_{ki(TO)}$ - рассчитанное расхождение между двумя результатами измерений, % отн;

I_I, I_{II} – единичные наблюдения, полученные в условиях промежуточной прецизионности, %;

$\overline{I_{cp}}$ – среднее арифметическое значение результатов единичных наблюдений I_I и I_{II} , %;

$r_{l(TO)}$ – предел промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором «время + оператор», % отн, приведенный в таблице 1.

Если условие (10) не выполняется, процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (10) рассчитанное расхождение между результатами измерений получает статус «подозрительного» (СТБ ИСО 5725-6-2002 п.4.2.5) и анализу подвергают процедуру получения результатов в условиях промежуточной прецизионности с точки зрения корректности ее реализации.

11.3 Контроль стабильности результатов измерений с использованием контрольных карт Шухарта (карт размахов)

Контроль стабильности результатов анализа осуществляют согласно ГОСТ Р 50779.42-99 (ИСО 8258-91) по показателям повторяемости (σ_r) и промежуточной прецизионности ($\sigma_{l(TO)}$) (таблица 1).

Анализ данных контрольных карт регулярно проводят с целью отслеживания динамики стабильности процесса анализа в течение временного диапазона.

Применение контрольных карт Шухарта основано на сопоставлении результатов контрольных процедур с установленными нормативами контроля: пределами действия (устанавли-



ваемыми при доверительной вероятности $P = 0,997$) и пределами предупреждения (устанавливаемыми при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Число контрольных процедур, реализуемых в течение месяца, устанавливается согласно Руководству по качеству.

Контрольные карты Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа строят по результатам измерений массовой доли инулина рабочих проб (РП), полученных в условиях повторяемости и промежуточной прецизионности по рассчитанным относительным величинам размахов. В работе участвуют два аналитика.

Алгоритм построения контрольных карт для двух контрольных определений следующий:

- относительные значения средней линии ($r_{cp,0} = 1,128 \cdot \sigma_r$, $r_{I(TO)cp,0} = 1,128 \cdot \sigma_{I(TO)}$), пределов предупреждения ($r_{пр,0} = 2,834 \cdot \sigma_r$, $r_{I(TO)пр,0} = 2,834 \cdot \sigma_{I(TO)}$) и действия ($r_{д,0} = 3,686 \cdot \sigma_r$, $r_{I(TO)д,0} = 3,686 \cdot \sigma_{I(TO)}$) в виде горизонтальных линий наносят на контрольные карты повторяемости и промежуточной прецизионности соответственно, где $\sigma_r = \sigma_r(\%) / 100$ - показатель повторяемости в виде относительного стандартного отклонения повторяемости (безразм.) и $\sigma_{I(TO)} = \sigma_{I(TO)}(\%) / 100$ - показатель промежуточной прецизионности в виде относительного стандартного отклонения промежуточной прецизионности (безразм.);

- получив результаты контрольных измерений, рассчитывают по формулам (11) и (12) ($r_{k,0}$ и $r_{I(TO)k,0}$) и наносят их значения на контрольную карту в точке, соответствующей номеру контрольной процедуры;

- при заполнении контрольной карты по горизонтальной оси откладывают номер контрольной процедуры, соответствующий дате, исполнителю и другим факторам, характеризующим контрольную процедуру;

- по вертикальной оси откладывают результаты контрольных процедур, расчет которых осуществляют по данным контрольных измерений и таблицы 1 следующим образом;

- для процедуры контроля повторяемости рассчитывают расхождение между двумя результатами единичных измерений по формуле

$$r_{k0} = \frac{|I_1 - I_2|}{I_{cp}}, \quad (11)$$

I_1, I_2 – результаты единичных измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, полученных в условиях повторяемости, %;

I_{cp} – среднее арифметическое значение результатов двух единичных измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, %;

- для процедуры контроля промежуточной прецизионности рассчитывают расхождение между двумя результатами измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами «время» и «оператор») по формуле



$$r_{I(T,O)k0} = \frac{|I_I - I_{II}|}{\bar{I}_{cp}}, \quad (12)$$

где: I_I, I_{II} – значения двух результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами «время» и «оператор»), %;

$\bar{I}_{cp}$ – среднее арифметическое значение результатов двух измерений массовой доли инулина/олигофруктозы в анализируемой пробе, полученных в условиях промежуточной прецизионности, %.

При интерпретации данных контрольных карт для контроля повторяемости и промежуточной прецизионности сигналом к возможному нарушению стабильности процесса анализа может служить появление на контрольной карте следующих ситуаций:

- 1) одна точка вышла за пределы действия;
- 2) девять точек подряд находятся выше средней линии;
- 3) шесть возрастающих точек подряд;
- 4) две из трех последовательных точек находятся выше предела предупреждения;
- 5) четыре из пяти последовательных точек находятся выше половинной границы зоны предупреждения, т.е. превышают:

значение $r_{cp} + \frac{r_{np} - r_{cp}}{2}$ - при контроле повторяемости,

значение $r_{I(T,O)cp} + \frac{r_{I(T,O)np} - r_{I(T,O)cp}}{2}$ - при контроле промежуточной прецизионности.

При появлении одной из вышеперечисленных ситуаций процесс анализа приостанавливают, выясняют причины и вносят необходимые коррективы.

11.4 Контроль правильности проведения измерений

Контроль правильности проведения измерений проводят согласно СТБ 5725-6-2002 п.7.2.3.1.3. Для этого используют рабочую пробу и эту же пробу с добавкой инулина/олигофруктозы.

Рабочая проба не должна содержать инулин/олигофруктозу. В качестве добавки используют инулин или олигофруктозу. Расчет добавки проводят исходя из того, что в продукт должно вноситься такое количество добавки, чтобы получить пробу, содержащую инулин/олигофруктозу в количестве не менее предела измерения МВИ. После внесения добавки образцы для контроля должны выдерживаться 1 час, а затем анализироваться в соответствии с методикой.

Точность контрольных измерений признается удовлетворительной, если выполняется условие (13)



$$\left| \frac{y - \mu}{y} \right| \cdot 100 < 2 \cdot \sqrt{\sigma_{l(TO)}^2 - \frac{\sigma_r^2}{2}} \quad (13)$$

где: y - измеренное значение массовой доли инулина/олигофруктозы, %;

μ - принятое эталонное значение содержания инулина/олигофруктозы (с учетом внесенного количества), %;

$\sigma_{l(TO)}$ - показатель промежуточной прецизионности, % отн;

σ_r - показатель повторяемости, % отн.

Если условие (13) не выполняется, точность контрольных измерений признается неудовлетворительной, и процедуру повторяют с использованием другой рабочей пробы.

При повторном получении неудовлетворительных результатов контроля точности выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату.

Разработчики:

Почицкая И.М., Рослик В.Л., Силич М.В., Каминская Р.Н., Красовская Е.С.



Приложение А

Нормативные ссылки

1. СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод измерения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
2. СТБ ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
3. СТБ ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
4. СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
5. ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
6. ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности
7. ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
8. ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
9. ГОСТ 3145-84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия
10. ГОСТ 4207-75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия
11. ГОСТ 5823-78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
12. ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
13. ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
14. ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
15. ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
16. ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия
17. ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия
18. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
19. ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования



20. ГОСТ Р 50779.42-99 (ИСО 8258-91) Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

21. Официальный метод АОАС 997.08 Фруктаны в пищевых продуктах, 1999.



Приложение Б

Хроматограммы градуировочного раствора и анализируемой пробы

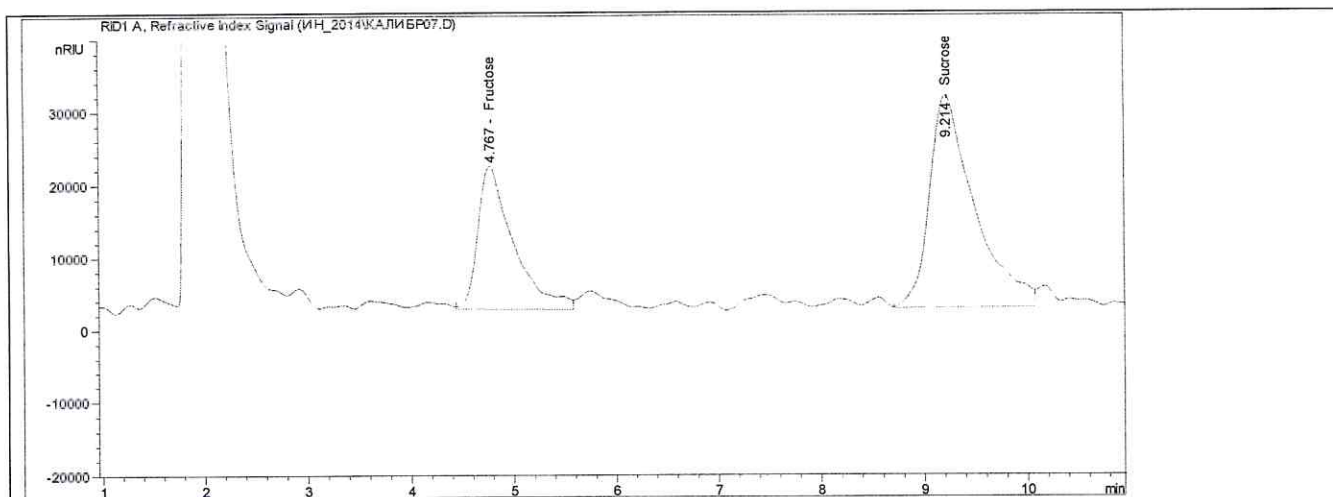


Рисунок Б.1 – Типичная хроматограмма градуировочного раствора фруктозы и сахарозы

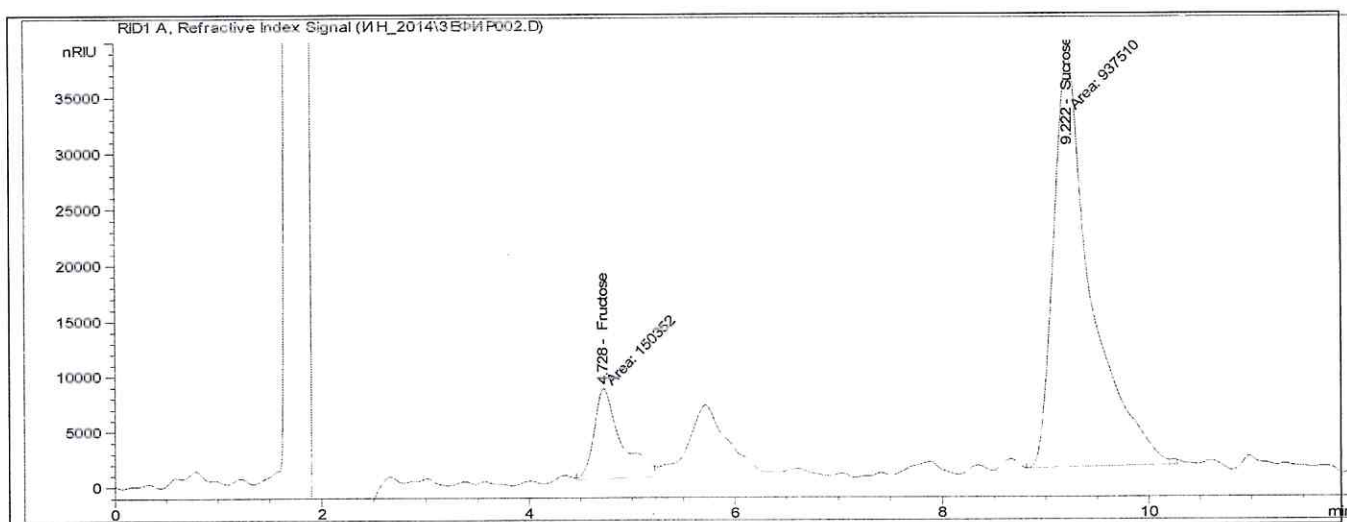


Рисунок Б.2 - Типичная хроматограмма пробы образца зефира до гидролиза

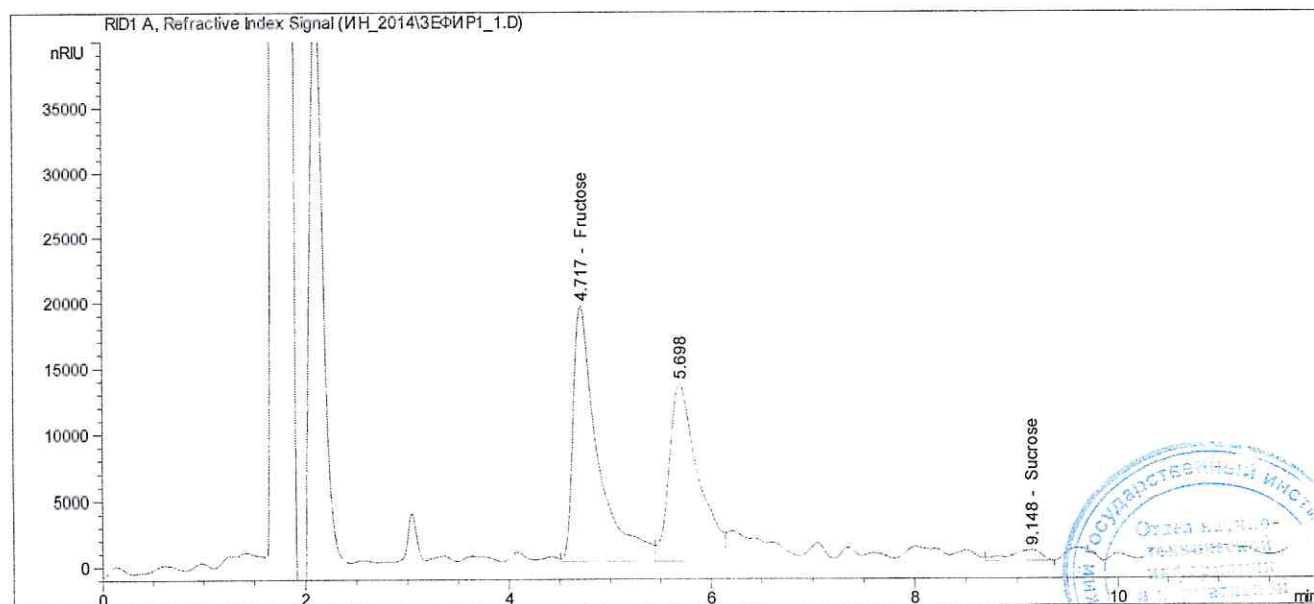


Рисунок Б.3 - Типичная хроматограмма пробы образца зефира после гидролиза

Приложение В Градуировочные графики

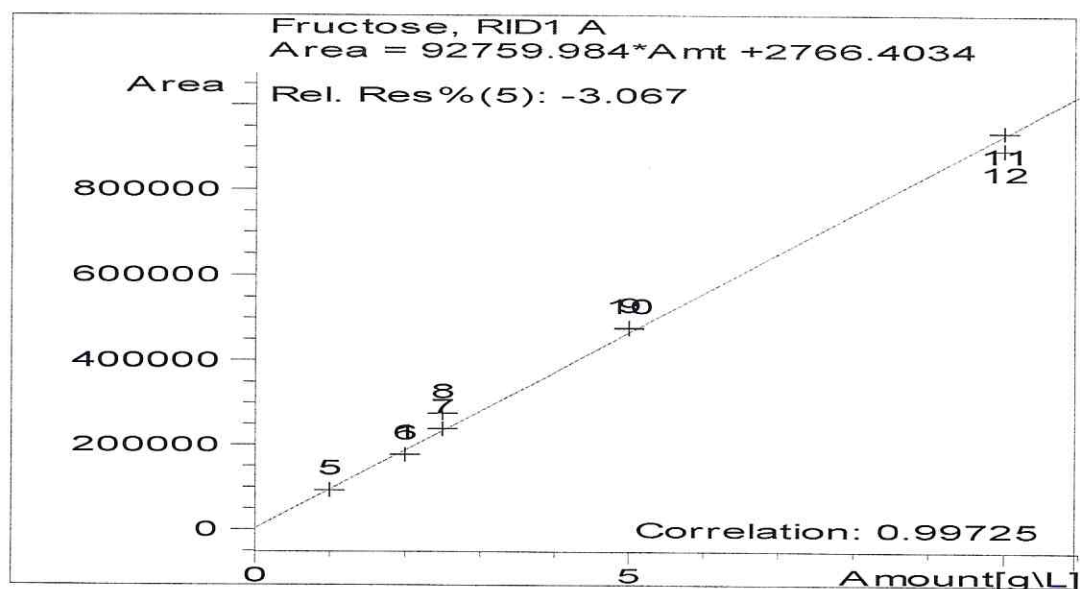


Рисунок В.1 – Градуировочный график фруктозы

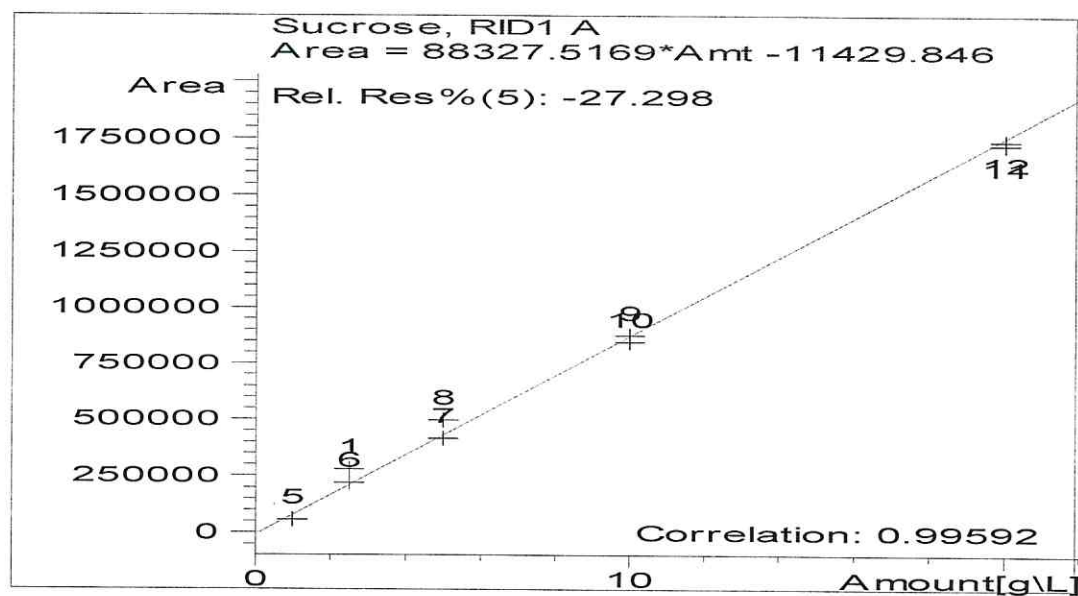


Рисунок В.2 – Градуировочный график сахарозы



Приложение Г

Пример методики расчета неопределенности измерений

1 Описание измеряемой величины

Измерение содержания инулина/олигофруктозы в пищевых продуктах согласно МВИ включает следующие операции:

- отбор навески анализируемой пробы;
- выделение углеводов (инулина, олигофруктозы, фруктозы, сахарозы) из пищевой матрицы;
- очистку экстракта с помощью растворов Карреза 1 и Карреза 2;
- фильтрацию;
- проведение гидролиза инулина/олигофруктозы;
- хроматографирование.

Математическую модель измерения массовой доли инулина/олигофруктозы можно представить в следующем виде:

$$I = 0.12 \times \frac{V_1}{m} \times \left(\frac{C_3 \times V_3}{V_2} - C_1 - \frac{C_2}{1.9} \right) \times \frac{F_{Rep}}{Rec}, \quad (1)$$

где: V_1 – общий объем экстракта пробы, 25 см³;

m – масса навески, г;

C_3 – массовая концентрация фруктозы в пробе после гидролиза, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

V_3 – объем экстракта пробы после гидролиза, 25 см³;

V_2 – объем аликвоты экстракта отобранной на гидролиз, 10 см³;

C_1 – массовая концентрация фруктозы, в пробе до гидролиза, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

C_2 – массовая концентрация сахарозы, рассчитанная по градуировочному графику, мг/см³;

Rec – степень извлечения;

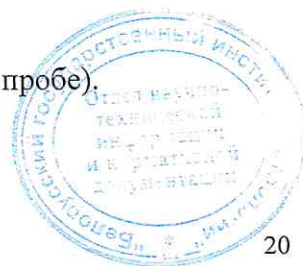
F_{Rep} – фактор повторяемости.

2 Анализ входных величин и оценивание их неопределенностей

Исходя из математической модели измерения массовой доли инулина/олигофруктозы, можно утверждать, что неопределенность обусловлена следующими действиями:

- определением общей фруктозы в пробе после гидролиза,
- определением свободной фруктозы (в случае ее присутствия в пробе);
- определением фруктозы из сахарозы (в случае присутствия сахарозы в пробе).

Данные неопределенности будут включать:



а) построение и использование градуировочных характеристик фруктозы и сахарозы ($u_{гх}$), которые в свою очередь состоят из случайных колебаний при измерении y , которые оказывают влияние как на отклики при градуировке y_i , так и на измеряемый отклик y_{obs} (для фруктозы и сахарозы), случайных эффектов, результатом которых являются погрешности приписанных исходных значений концентраций градуировочных растворов x_i (для фруктозы и сахарозы);

в) неопределенность, обусловленную подготовкой пробы (u_p).

г) неопределенность, обусловленную случайными факторами (фактор повторяемости - $u(\sigma_r)$);

д) неопределенность, связанная со смещением метода $u(\delta)$.

Суммарная стандартная неопределенность :

$$u_c = \sqrt{\frac{u_{(abs)A}^2 + u_{abs}^2(C_1) + \left(\frac{u_{abs}(C_2)}{1.9}\right)^2}{\left(\frac{C_3 \times V_3}{V_2} - C_1 - \frac{C_2}{1.9}\right)^2} \times 100^2 + u^2(\sigma_r) + u_n^2 + u^2(\delta)} \quad (2)$$

$$u_A^2 = (u^2(C_3) + u^2(V_3) + u^2(V_2)) \times \left(\frac{C_3 \times V_3}{V_2}\right)^2 \quad (3.1)$$

Преобразуя формулу, получим следующее

$$u_A^2 = (u^2(C_3) + u^2(V_3) + u^2(V_2)) \times (2.5 \times C_3)^2 \quad (3.2)$$

Расчет неопределенности измерения объемов:

V_3 – объем экстракта пробы после гидролиза, 25 см³. Используется мерная колба на 25 см³, с погрешностью - $\pm \Delta_V = 0.08$.

$$u(V_3) = \frac{\Delta}{\sqrt{6}} = \frac{0.08}{2.45} = 0.033 \text{ см}^3 \quad (4.1)$$

$$\frac{u(V_3)}{V_3} = \frac{0.033}{25} * 100 = 0.13\% = 0,0013 \text{ доли единицы} \quad (4.2)$$

V_2 – объем аликвоты экстракта отобранный на гидролиз, 10 см³. Используется пипетка на 10 см³, с погрешностью - $\pm \Delta_V = 0.1$.

$$u(V_2) = \frac{\Delta_{10}}{\sqrt{6}} = \frac{0.1}{2.45} = 0.041 \text{ см}^3 \quad (4.3)$$

$$\frac{u(V_2)}{V_2} = \frac{0.041}{10} * 100 = 0.41\% \quad 0,0041 \text{ доли единицы} \quad (4.4)$$



2.1 Исследование неопределенности, обусловленной построением и использованием градуировочных характеристик фруктозы ($u_{\text{фр. т.е. } u(C_3)}$ и $u(C_1)$) и сахарозы ($u_{\text{сах. т.е. } u(C_2)}$):

При нахождении неопределенности величины x_{pred} будут рассматриваться следующие основные источники неопределенности:

- а) случайные колебания при измерении y , которые оказывают влияние как на отклики при градуировке y_i , так и на измеряемый отклик y_{abs} ;
- б) случайные эффекты, результатом которых являются погрешности приписанных исходных значений концентраций градуировочных растворов фруктозы и сахарозы x_i , как показывали исследования, данная составляющая была незначительной по сравнению с неопределенностью, вызванной случайными колебаниями величины отклика, поэтому данной составляющей пренебрегли.

Неопределенность определяемых по градуировочным зависимостям концентраций фруктозы и сахарозы, обусловленными изменчивостью y , вычисляют по формуле:

$$u(x_{\text{pred}}, y) = \sqrt{\frac{\frac{S_0^2}{k} + x_{\text{pred}}^2 \cdot S^2(b) + 2x_{\text{pred}} \cdot S(a) \cdot S(b) \cdot r(a, b) + S^2(a)}{b^2}}, \quad (5)$$

где S_0 – стандартное отклонение разностей между экспериментальными величинами и найденной теоретической зависимостью (по оси ординат);

$S(a)$ – стандартная неопределенность оцененной на основании результатов измерений отрезка a , отсекаемого на оси ординат;

$S(b)$ – стандартная неопределенность оцененной на основании результатов измерений величины углового коэффициента b линейного графика;

k – количество измерений при определении x_{pred} (2);

a, b – коэффициенты регрессии;

$r(a, b)$ – коэффициент корреляции.

Значения неопределенности определяемой по градуировочной зависимости концентраций фруктозы $u(C_3)$ и $u(C_1)$, обусловленной изменчивостью y представлены ниже.

	мг/см ³	% отн.	отн. (доли единицы)
$u(1,0,y)=$	0,119	11,9	0,12
$u(2,0,y)=$	0,115	5,73	0,057
$u(2,5,y)=$	0,113	4,52	0,045
$u(5,0,y)=$	0,111	2,23	0,022
$u(10,0,y)=$	0,138	1,38	0,014

Значения неопределенностей определяемой по градуировочной зависимости концентрации сахарозы $u(C_2)$, обусловленной изменчивостью y составили:



	мг/см ³	% отн.	отн. (доли единицы)
u(1,0,y)=	0,11	11,0	0,11
u(2,5,y)=	0,11	4,3	0,043
u(5,0,y)=	0,10	2,1	0,021
u(10,0,y)=	0,10	1,0	0,01
u(20,0,y)=	0,13	0,6	0,006

2.2 Оценивание неопределенности, связанной с подготовкой пробы (u_n).

Значение неопределенности, связанной с подготовкой пробы, рассчитывается по формуле

$$u_n = \sqrt{u_{nm}^2 + u_{nV}^2} \quad (6)$$

Где u_{nm} – неопределенность, связанная с взвешиванием пробы;

u_{nV} – неопределенность, связанная с измерением объема.

Исходя из того, что при взвешивании применялись весы лабораторные электронные «Sartorius» CP 225D с погрешностью взвешивания 0,0003 г и минимальная масса навески для анализа составила 0,5 г (500 мг), неопределенность, связанная с взвешиванием пробы составит:

$$u_{nm} = \frac{0,3 \times \sqrt{2}}{m \times \sqrt{3}} \times 100 = 0,08165 \% \quad (7)$$

Объем пробы после проведения всех стадий пробоподготовки составит 25 см³, используется мерная колба на 25 см³, с погрешностью - $\pm \Delta_V = 0.08$.

Относительную стандартную неопределенность объема оценивали на основании погрешности номинального объема колбы, зависящей от колебаний температуры в лаборатории в пределах $20 \pm 5^\circ\text{C}$ (в соответствии с методикой) и значения коэффициента объемного расширения 50% водного раствора этанола (экстрагирующая смесь) 0,0011.

Относительная стандартная неопределенность объема рассчитывается через суммирование двух составляющих:

$$u(V_n) = \frac{\Delta_n}{\sqrt{6}} = \frac{0.08}{2.45} = 0.03266 \text{ см}^3 \quad (8)$$

$$u(V_t) = \frac{0.0011 \times 5 \cdot \times 100}{\sqrt{3}} = 0.3175 \text{ см}^3 \quad (9)$$

$$u_{nV} = \sqrt{0.03266^2 + 0.3175^2} = 0,319 \text{ см}^3 \quad (10)$$

$$u_{nV(\%) } = \frac{0.319}{25} \times 100 = 1,277 \% \quad (11)$$

$$u_n = \sqrt{0.082^2 + 1.277^2} = 1.28 \% \quad (12)$$



2.3 Неопределенность, обусловленную случайными факторами (фактор повторяемости F_{Rep})

Исследования, проведенные для определения прецизионности МВИ, представлены в разделе 1 протокола. Учитывая, что результат измерения получают усреднением результатов двух параллельных определений ($n=2$), оценку относительной стандартной неопределенности рассчитывали по формуле:

$$u(F_{Rep}) = \frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} \quad (13)$$

$$u(F_{Rep}) = \frac{8.2}{1.4} = 5.86 \% \quad (14)$$

2.4 Составляющая неопределенности, связанная со смещением метода $u(\delta)$

Лабораторное смещение было признано незначимым (раздел 1).

Составляющую неопределенности, связанную со смещением метода рассчитывали по формуле.

$$u(\delta) = \frac{\sigma_r}{\sqrt{10}} \quad (15)$$

$$u(\delta) = \frac{8.2}{3.16} = 2.59 \% \quad (16)$$

3 Суммарная стандартная неопределенность

Относительную стандартную неопределенность измеряемой величины находили как суммарную стандартную неопределенность, используя относительные стандартные неопределенности величин, входящих в уравнение математической модели:

Рассчитаем составляющую u_A^2 для нижней точки градуировочных графиков фруктозы и сахарозы, подставив значения в формулы (3.2) и (2).

$$u_A^2 = (0.12^2 + 0.0013^2 + 0.0041^2) \times (1.0 \times 2.5)^2 = 0,090 \text{ (мг/см}^3\text{)}^2 \quad (17)$$

$$u_{отн\ c} = \sqrt{\frac{0.090 + 0.12^2 + \left(\frac{0.12}{1.9}\right)^2}{0.941} \times 10000 + 5.86^2 + 1.28^2 + 2.59^2} = 31,5 \% \quad (18)$$

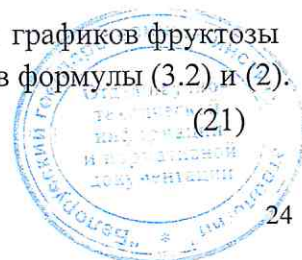
Для продуктов, не содержащих сахарозу и свободную фруктозу, суммарная стандартная неопределенность будет рассчитываться по упрощенной формуле

$$u_c = \sqrt{u_{отн\ A}^2 + u^2(\sigma_r) + u_n^2 + u^2(\delta)} \quad (19)$$

$$u_c = \sqrt{\frac{0.090}{2.5^2} + 5.86^2 + 1.28^2 + 2.59^2} = 6,54\% \quad (20)$$

Рассчитаем составляющую u_A^2 для верхней точки градуировочных графиков фруктозы и сахарозы 10,0 мг/см³ и 20,0 мг/см³ соответственно, подставив значения в формулы (3.2) и (2).

$$u_A^2 = (0.0138^2 + 0.0013^2 + 0.0041^2) \times (10.0 \times 2.5)^2 = 0,131 \text{ (мг/см}^3\text{)}^2 \quad (21)$$



$$u_c = \sqrt{\frac{0.131 + 0.138^2 + \left(\frac{0.13}{1.9}\right)^2}{20.25} \times 10000 + 5.86^2 + 1.28^2 + 2.59^2} = 10.4 \% \quad (22)$$

Для продуктов, не содержащих сахарозу и свободную фруктозу, суммарная стандартная неопределенность будет рассчитываться по упрощенной формуле

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u^2(\sigma_r) + u_n^2 + u^2(\delta)} \quad (23)$$

$$u_c = \sqrt{\frac{0.131}{625} + 5.86^2 + 1.28^2 + 2.59^2} = 6.53\% \quad (24)$$

При исследовании продуктов содержащих сахарозу и фруктозу, суммарная стандартная неопределенность измерений принимает минимальное значение на верхней границе диапазона, и составляет 10,4 %, а максимальное значение - на нижней границе диапазона и составляет 31,5 %. Для продуктов, не содержащих сахарозу и фруктозу значение неопределенности значительно ниже – 6,5 %.

Расширенную неопределенность $U(X)$ получают путем умножения стандартной неопределенности массовой доли инулина/олигофруктозы в пробе на коэффициент охвата k , равный 2 в предположении нормального распределения для уровня доверия 95 %.

$$U = 2 \cdot u_c \quad (25)$$

Бюджет неопределенности представлен в таблице 2.

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %
Повторяемость результатов измерений	A	5,9
Лабораторное смещение		2,6
Подготовка пробы	B	1,28
Максимальная суммарная стандартная неопределенность: -для продуктов содержащих сахарозу и фруктозу		31,5
-для продуктов, не содержащих сахарозу и фруктозу		6,5
Расширенная неопределенность: -для продуктов содержащих сахарозу и фруктозу		63,0
-для продуктов, не содержащих сахарозу и фруктозу		13,0



ДЗЯРЖАУНЫ КАМІТЭТ ПА СТАНДАРТЫЗАЦЫІ
РЭСПУБЛІКІ БЕЛАРУСЬ

Рэспубліканскае ўнітарнае прадпрыемства
"БЕЛАРУСКІ ДЗЯРЖАУНЫ
ІНСТЫТУТ МЕТРАЛОГІІ"
- БелДІМ -

Старавіленскі тракт 93, г. 220053, Мінск,
Тэлефон (017) 233 55 01 Факс (017) 288 09 38
Эл. пошта: info@belgim.by

Разліковы рахунак: 3012102776014, (RUR): 3012102776027
Рэгіянальная дырэкцыя №700 ОАО «БПС-Сбербанк»,
БИК 153001369, праспект Машэрава, 80,
УНП 100055197, АКПА 02568454



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Республиканское унитарное предприятие
"БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ"
- БелГИМ -

Старовиленский тракт 93, 220053, Минск
Телефон +375 17 233 55 01 Факс +375 17 288 09 38
Эл. почта: info@belgim.by

Расчётный счёт: 3012102776014, (RUR): 3012102776027
Региональная Дирекция №700 ОАО «БПС-Сбербанк»,
БИК 153001369, проспект Машерова, 80,
УНП 100055197, ОКПО 02568454

16.07. 2014г. № 28-12/7568
На № _____ от _____

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 842/2014 об аттестации МВИ

Определение содержания инулина/олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах. Методика выполнения измерений

Методика выполнения измерений, разработанная Республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию», и регламентированная в **МВИ.МН 4967-2014 «Определение содержания инулина/олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах. Методика выполнения измерений»** аттестована в соответствии с ГОСТ 8.010-99.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке и экспериментальному исследованию МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками при принятой доверительной вероятности $P=0,95$:

Наименование компонента	Диапазон определяемых концентраций, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r , % отн	Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение прецизионности с изменяющимся фактором «время+оператор»), $\sigma_{I(TO)}$, % отн	Предел повторяемости (для двух результатов единичных наблюдений), r , % отн	Предел промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором «время+оператор»), $r_{I(TO)}$, % отн
Инулин/олигофруктоза	0,10 - 50,0	8,2	9,0	23,0	25,2

Заместитель директора по науке



Т.А. Коломиец

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по науке БелГИМ



Т.А. Коломиец

2014

ЭКСПЕРТНОЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

по результатам метрологической экспертизы
методики выполнения измерений (МВИ)

Наименование МВИ: Определение содержания инулина/олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах. Методика выполнения измерений

Разработчик: Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

На метрологическую экспертизу представлены следующие документы:

- 1 Методика выполнения измерений
- 2 Отчет

По результатам метрологической экспертизы установлено:

- 1 Представленная методика предназначена для определения содержания инулина/ олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах (мучные и сахаристые кондитерские изделия, макаронные, крупяные изделия, напитки, соковая, плодоовощная, молочная продукция) и обладает следующими метрологическими характеристиками:

Наименование компонента	Диапазон определяемых концентраций, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r , % отн	Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение прецизионности с изменяющимся фактором «время+ оператор»), $\sigma_{I(TO)}$, % отн	Предел повторяемости (для двух результатов единичных наблюдений), r , % отн	Предел промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором «время+оператор»), $r_{I(TO)}$, % отн
Инулин/олигофруктоза	0,10 - 50,0	8,2	9,0	23,0	25,2

- 2 Методика соответствует требованиям ГОСТ 8.010-99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения».
- 3 Методика может быть использована при выполнении измерений содержания инулина/ олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах (мучные и сахаристые кондитерские изделия, макаронные, крупяные изделия, напитки, соковая, плодоовощная, молочная продукция).

Начальник отдела испытаний пищевой
и сельскохозяйственной продукции

Г.В. Артеменко

**Республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт метрологии»
(БелГИМ)**

**СВИДЕТЕЛЬСТВО О МЕТРОЛОГИЧЕСКОМ ПОДТВЕРЖДЕНИИ ПРИГОДНОСТИ
МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ) № 842МПП/2014**

Обозначение и наименование методики выполнения измерений:

МВИ.МН 4967-2014 «Определение содержания инулина/олигофруктозы в обогащенных пищевых продуктах. Методика выполнения измерений»

Заявитель: РУП «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

Разработчик: РУП «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

Методика выполнения измерений соответствует требованиям, установленным в ГОСТ 8.010-99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения».

Свидетельство о метрологическом подтверждении пригодности методики выполнения измерений выдано на основании экспертного заключения по результатам метрологической экспертизы от «__» ____ 2014.

Заместитель директора по науке



 Т.А. Коломиец