



000371

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)

Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0373/01.00258/2011

Методика измерений содержания свободных форм водорастворимых витаминов в
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
премиксах, витаминных концентратах, смесях и добавках, в том числе жидких,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений
методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного

электрофореза "Капель-105/105М",

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава
область использования
премиксов, витаминных концентратов, смесей и добавок, в том числе жидких,

разработанная ООО "Люмэкс-маркетинг", 199155, г. Санкт-Петербург, Морская
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)
набережная, дом 31, корпус 1, литер "А",

и содержащаяся в М 04-72-2011 "Премикусы, витаминные концентраты, смеси и добавки,
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц
в том числе жидкие. Методика измерений содержания свободных форм водорастворимых

витаминов методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного

электрофореза "Капель-105/105М", 2011г., на 60 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод)
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 3 л.

Зам. директора по научной работе *С.В. Медведевских* С.В. Медведевских

Зав. лабораторией *О.В. Кочергина* О.В. Кочергина

Дата выдачи 26.09.2011

Рекомендуемый срок пересмотра
методики (метода) измерений:



ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0373/01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номер

методика измерений содержания свободных форм водорастворимых витаминов в премиксах, витаминных концентратах, смесях и добавках, в том числе жидких, методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза "Капель-105/105М" на 3 листах

Наименования свободных форм водорастворимых витаминов, диапазоны измерений приведены в таблице 1, показатели точности измерений¹ приведены в таблице 2, бюджет неопределенности измерений приведен в таблицах 3, 4, 5, 6, нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений приведены в таблице 7.

Т а б л и ц а 1

Наименования свободных форм водорастворимых витаминов	Диапазоны измерений ² , г/кг		Диапазоны измерений, г/дм ³
	Премиксы	Витаминные добавки, смеси, концентраты	Жидкие смеси, содержащие свободные формы витаминов
V ₁ (тиамина хлорид гидрохлорид)	От 0,05 до 5,0 включ.	От 0,5 до 25 включ.	От 0,1 до 10 включ.
V ₂ (рибофлавин)	От 0,1 до 5,0 включ.	От 0,5 до 100 включ.	От 0,2 до 20 включ.
V ₃ (пантотеновая кислота кальциевая соль)	От 0,25 до 25 включ.	От 5,0 до 150 включ.	От 0,5 до 50 включ.
V ₅ (никотиновая кислота)	От 0,5 до 100 включ.	От 10 до 300 включ.	От 1,0 до 100 включ.
V ₅ (никотинамид)	От 0,1 до 5,0 включ.	От 0,5 до 25 включ.	От 0,2 до 100 включ.
V ₆ (пиридоксина гидрохлорид)	От 0,1 до 10 включ.	От 1,0 до 100 включ.	От 0,2 до 20 включ.
V _c (фолиевая кислота)	От 0,1 до 5,0 включ.	От 0,5 до 25 включ.	От 0,2 до 10 включ.

Т а б л и ц а 2


Объект анализа	Показатели неопределенности измерений (относительные значения), %		
	Суммарная стандартная неопределенность, u_c	Расширенная неопределенность ³ (при $k = 2$ и $n=1$), U_1	Расширенная неопределенность ³ (при $k = 2$ и $n=2$), U_2
Премиксы (витамины V ₁ , V ₂ , V ₃ , V ₆ , V ₅ (никотиновая кислота), V _c)	10	20	—
Премиксы (никотинамид), витаминные добавки, смеси, концентраты	8	—	16
Жидкие смеси, содержащие свободные формы витаминов	6,5	—	13

Пр и м е ч а н и е – k – коэффициент охвата, n – количество параллельных определений

Т а б л и ц а 3 - Бюджет неопределенности измерений массовой доли витаминов V₁, V₂, V₃, V₆, V₅ (никотиновая кислота), V_c в премиксах

Источник неопределенности	Оценка типа	Относительная стандартная неопределенность, %
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости ⁴ , u_r	A	6,0
Стандартное отклонение в условиях промежуточной прецизионности, $u_{I(O,E)}$	A	8,0
Приготовление раствора для извлечения витаминов с добавками, $u_{ДО}$	B	3,1
Извлечение витаминов из пробы, $u_{извл}$	B	4,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		10
Относительная расширенная неопределенность, U_1 , при $k = 2$, %		20

Зав. лабораторией 222



О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

¹ В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п.3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений.

² При навеске (0,1-1,0) г в зависимости от объекта анализа.

³ Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

⁴ Здесь и далее по тексту: согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности.

ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

к свидетельству № 222.0373/01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номерметодика измерений содержания свободных форм водорастворимых витаминов в премиксах,
витаминовых концентратах, смесях и добавках, в том числе жидких, методом капиллярного
электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза "Капель-105/105М"
на 3 листахТ а б л и ц а 4 - Бюджет неопределенности измерений массовой доли витамина В₅ (никотинамид) в премиксах

Источник неопределенности	Оценка типа	Относительная стандартная неопределенность, %
Прецизионность измерений в условиях повторяемости ⁴ , u_r	A	3,2
Приготовление градуировочных растворов, $u_{ГО}$	B	3,3
Градуировка системы капиллярного электрофореза, $u_{эп}$	A + B	4,5
Извлечение витаминов из пробы, $u_{извл}$	B	3,0
Масса навески пробы, u_m	B	менее 0,1
Объем экстракта пробы, $u_{мн}$	B	1,2
Разбавление экстракта пробы перед регистрацией электрофореграммы, $u_{разб}$	B	2,9
Дополнительное разбавление проб при высоком содержании витаминов, u_Q	B	2,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		8
Относительная расширенная неопределенность, U_2 , при $k = 2$, %		16

Т а б л и ц а 5 - Бюджет неопределенности измерений массовой доли витаминов В₁, В₂, В₃, В₆, В₅ (никотиновая кислота), В_с, В₅ (никотинамид) в концентратах

Источник неопределенности	Оценка типа	Относительная стандартная неопределенность, %
Прецизионность измерений в условиях повторяемости ⁴ , u_r	A	3,5
Приготовление градуировочных растворов, $u_{ГО}$	B	3,3
Градуировка системы капиллярного электрофореза, $u_{эп}$	A + B	4,5
Масса навески пробы, u_m	B	0,13
Объем экстракта пробы, $u_{мн}$	B	0,58
Извлечение витаминов из пробы, $u_{извл}$	B	3,0
Разбавление экстракта пробы перед регистрацией электрофореграммы, $u_{разб}$	B	1,2
Дополнительное разбавление проб при высоком содержании витаминов, u_Q	B	2,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		8
Относительная расширенная неопределенность, U_2 , при $k = 2$, %		16

Т а б л и ц а 6 - Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации витаминов в жидких смесях, содержащих свободные формы витаминов

Источник неопределенности	Оценка типа	Относительная стандартная неопределенность, %
Прецизионность измерений в условиях повторяемости ⁴ , u_r	A	2,8
Приготовление градуировочных растворов, $u_{ГО}$	B	3,3
Градуировка системы капиллярного электрофореза, $u_{эп}$	A + B	4,5
Объем пробы, $u_{пр}$	B	0,58
Объем разбавленной пробы, u_p	B	0,12
Извлечение витаминов из пробы, $u_{извл}$	B	3,0
Дополнительное разбавление проб при высоком содержании витаминов, u_Q	B	2,0
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_c , %		6,5
Относительная расширенная неопределенность, U_2 , при $k = 2$, %		13

Зав. лабораторией 222

Кочергина

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

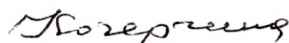
ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ
к свидетельству № 222.0373/01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номер

методика измерений содержания свободных форм водорастворимых витаминов в премиксах, витаминных концентратах, смесях и добавках, в том числе жидких, методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза "Капель-105/105М" на 3 листах

Т а б л и ц а 7

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности P=0,95, %		
		1	2	3
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	r		
		—	14	11
Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому	R^5		
		28	22	18
П р и м е ч а н и е - Графа «1» соответствует «Премиксы (витамины В ₁ , В ₂ , В ₃ , В ₆ , В ₅ (никотиновая кислота), В _с)», графа «2» - «Премиксы (никотинамид), витаминные добавки, смеси, концентраты», графа «3» - «Жидкие смеси, содержащие свободные формы витаминов».				

Зав. лабораторией 222



О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

⁵ Результаты измерений на идентичных пробах анализируемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в 5 лабораториях, при разработке данной методики.