
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54014—
2010

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ

Определение растворимых
и нерастворимых пищевых волокон
ферментативно-гравиметрическим методом

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2011

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» Министерства образования и науки Российской Федерации (ГОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 036 «Функциональные пищевые продукты»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 624-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные положения следующих международных (региональных) стандартов и сводов правил:

- CODEX STAN 234—1999 (с учетом изменений 2007 г.) Комиссии Codex Alimentarius;
- CAC/MISC 6—2008 Комиссии Codex Alimentarius;
- CAC/GL 10—1979 (с учетом изменений 1983, 1991 и 2008 гг.)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода	2
5 Реактивы, стандартные вещества и растворы	2
6 Средства измерений и оборудование	3
7 Отбор и подготовка проб	3
8 Подготовка к испытанию	3
9 Проведение испытания	3
10 Обработка результатов	4
11 Метрологические характеристики метода	5
12 Требования безопасности.	5
13 Условия проведения испытания	5
Библиография	6

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ

Определение растворимых и нерастворимых пищевых волокон
ферментативно-гравиметрическим методом

Functional food.

Determination of soluble and insoluble dietary fibres by enzymatic-gravimetric method

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на функциональные пищевые продукты и устанавливает метод определения общей массовой доли растворимых и нерастворимых пищевых волокон, в т. ч. гемицеллюлоз, целлюлозы, пектинов, резистентных крахмалов, лигнина и др.

Диапазон измерения массовой доли пищевых волокон от 1 % до 30 % массы обезжиренного вещества.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51418—99 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте

ГОСТ Р 52349—2005 Продукты пищевые. Продукты пищевые функциональные. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 51418—99 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 200—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 245—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 5901—87 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси
- ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 15113.8—77 Концентраты пищевые. Методы определения золы
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 25555.4—91 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения золы и щелочности общей и водорастворимой золы
- ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб
- ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов
- ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу
- ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кельдаля

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52349.

4 Сущность метода

Метод основан на ферментативном гидролизе крахмальных и некрахмальных соединений с помощью α -амилазы, протеазы и амилоглюкозидазы до моно-, ди-, олигосахаридов и пептидов. Пищевые волокна осаждают этиловым спиртом, высушивают и определяют гравиметрическим методом. Общую массовую долю пищевых волокон выражают в процентах (г/100 г).

5 Реактивы, стандартные вещества и растворы

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.). Вода, используемая для приготовления растворов ферментов, должна быть бидистиллированной.

α -Амилаза¹⁾ термостабильная удельной активностью 10 ед./мг по [1].

Протеаза¹⁾ удельной активностью 7—15 ед./мг по [1].

Амилоглюкозидаза¹⁾ удельной активностью 400 ед./мг по [1].

¹⁾ Допускается использование имеющихся в продаже готовых наборов реактивов (ферментов) для определения общих пищевых волокон (например, фирмы MERCK — Bioquant[®] Gesamtballaststoffe 12979) при условии соответствия качества реагентов требованиям настоящего стандарта. Указанный пример реактивов является рекомендуемым для применения. Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение данного набора реактивов.

Эфир петролейный.

Этиловый спирт 95 % об. по ГОСТ 5962.

Этиловый спирт 78 % об.: смешать 207 см³ дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и 793 см³ этанола 95 % об. по ГОСТ 5962.

Раствор фосфатного буфера 0,08 моль/дм³, pH 6,0: растворяют 1,4 г динатрийгидрофосфата (Na₂HPO₄) по ГОСТ 245 или 1,752 г динатрий гидрофосфата дигидрата (Na₂HPO₄ · 2H₂O) по ГОСТ 200 и 9,68 г натрия дигидрофосфата моногидрата (NaH₂PO₄ · H₂O) по ГОСТ 11773 в 700 см³ воды, доводят pH до 6,0 с помощью гидроокиси натрия (NaOH) по ГОСТ 4328 или фосфорной кислоты (H₃PO₄) по ГОСТ 6552, разбавляют водой по ГОСТ 6709 до 1000 см³.

Раствор гидроокиси натрия (NaOH) 0,275 моль/дм³: разбавляют 275 см³ раствора гидроокиси натрия 1 моль/дм³ водой до 1000 см³.

Раствор соляной кислоты (HCl) 0,325 моль/дм³: разбавляют 325 см³ концентрированной соляной кислоты 1 моль/дм³ дистиллированной водой до 1000 см³.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6 Средства измерений и оборудование

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228.

Фильтры бумажные обеззоленные диаметром 15 см по ГОСТ 12026.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру от 60 °С до 110 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 400 см³ по ГОСТ 25336.

Баня водяная с терморегулятором для поддержания температуры (60 ± 5) °С, оборудованная качалкой или магнитной мешалкой.

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,1 ед. pH.

Дозаторы пипеточные с объемом доз 0,05 и 0,5 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 50 и 500 см³ по ГОСТ 1770.

Насос водоструйный стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336.

Печь муфельная с терморегулятором для поддержания температуры (900 ± 5) °С.

Фольга алюминиевая.

Мельница лабораторная или ступка.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и лабораторного оборудования с техническими характеристиками, не уступающими перечисленным выше.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26313, 26671 и 26809.

8 Подготовка к испытанию

При необходимости пробу измельчают в гомогенизаторе или лабораторной мельнице. Если содержание жира в пробе превышает 5 %, его экстрагируют петролейным эфиром из расчета 25 см³ на 1 г пробы. Обезжиренный образец высушивают в сушильном шкафу в течение одного часа при температуре 70 °С и помещают в эксикатор.

9 Проведение испытания

При проведении испытания избегают загрязнений, связанных с поглощением пробой дополнительной влаги.

9.1 Берут две навески пробы массой 1 г (с точностью до 0,0001 г) в стеклянные стаканы вместимостью 400 см³ и добавляют в каждый по 50 см³ фосфатного буфера pH 6,0.

9.2 Испытание

9.2.1 С помощью пипеточного дозатора в каждый стакан вносят по 0,05 см³ раствора термостабильной α-амилазы по [1].

Содержимое перемешивают, слегка вращая стаканы, после чего стаканы закрывают алюминиевой фольгой и помещают в кипящую водяную баню. Время выдержки 30 мин отсчитывают с момента, когда содержимое нагреется до температуры 90 °С. Затем смесь охлаждают до температуры 20 °С и доводят значение pH до 7,4—7,6 раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,275 моль/дм³.

9.2.2 В каждый стакан вносят 0,05 см³ раствора протеазы по [1] с помощью пипеточного дозатора. Содержимое стаканов перемешивают и закрывают алюминиевой фольгой, выдерживают на водяной бане при температуре 60 °С в течение 30 мин при постоянном перемешивании, охлаждают до 20 °С и доводят значение pH до 4,3—4,7 с помощью раствора соляной кислоты 0,325 моль/дм³.

9.2.3 Затем в каждый стакан с помощью пипеточного дозатора вносят 0,150 см³ раствора амилоглюкозидазы по [1], выдерживают на водяной бане при температуре 60 °С в течение 30 мин, отсчитывая время с момента, когда температура содержимого стаканов достигнет 60 °С.

9.2.4 Мерным цилиндром отмеряют 280 см³ этилового спирта 78 % об., подогревают его до температуры 60 °С, добавляют к содержимому стаканов и выдерживают при комнатной температуре в течение 60 мин для формирования осадка.

9.2.5 Высушенные при температуре 60 °С до постоянной массы (разница между взвешиваниями не должна превышать 0,001 г) и взвешенные (с точностью до 0,0001 г) бумажные фильтры помещают в стеклянные воронки и смачивают этиловым спиртом 95 % об., осадок, содержащий пищевые волокна, фильтруют количественно, смывая со стенок стаканов порциями этилового спирта, затем осадок на фильтре промывают три раза порциями этилового спирта 78 % об. по 20 см³, два раза порциями этилового спирта 95 % об. по 10 см³ и два раза порциями ацетона по 10 см³.

9.2.6 Осадки на фильтрах высушивают при температуре 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы (разница между взвешиваниями не должна превышать 0,001 г). Фильтры охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0001 г.

9.2.7 В одном из двух осадков определяют содержание азота методом Кьельдаля по ГОСТ 26889. Полученное значение умножают на 6,25, получая содержание белка. Во втором осадке в зависимости от вида функционального пищевого продукта определяют содержание золы по ГОСТ 5901, ГОСТ 15113.8, ГОСТ 25555.4 или ГОСТ Р 51418.

9.3 Число параллельных определений

Выполняют два независимых определения в двух различных пробах одного и того же образца.

10 Обработка результатов

Общую массовую долю пищевых волокон X, %, от массы обезжиренного сухого вещества вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - \left[\left(\frac{w_1 - w_2}{100} \right) \cdot m_2 \right]}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса навески сухой обезжиренной пробы, г;

m_2 — масса осадка, г;

w_1 — массовая доля белка в осадке, % (ГОСТ 26889), вычисляемая по формуле

$$w_1 = \frac{m_3}{m_2} \cdot 100;$$

w_2 — массовая доля золы в осадке, % (ГОСТ 5901, ГОСТ 15113, ГОСТ 25555.4 или ГОСТ Р 51418), вычисляемая по формуле

$$w_2 = \frac{m_4}{m_2} \cdot 100,$$

где m_3 — масса белка, г (ГОСТ 26889);

m_4 — масса золы, г (ГОСТ 5901, ГОСТ 15113, ГОСТ 25555.4 или ГОСТ Р 51418).

Результат приводят с точностью до 0,01 г пищевых волокон на 100 г обезжиренного сухого вещества.

11 Метрологические характеристики метода

11.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных для одной и той же пробы в одной лаборатории одним сотрудником, не должно превышать 10 % от их среднеарифметического значения (при $P = 0,95$).

11.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, выполненных для одной и той же пробы в двух различных лабораториях, не должно превышать 0,1 г пищевых волокон на 100 г пробы (при $P = 0,95$).

11.3 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

12 Требования безопасности

При проведении испытания следует соблюдать требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации лабораторного оборудования.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

13 Условия проведения испытания

При подготовке и проведении испытания должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 10 °С до 25 °С включительно;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 70 % включительно.

Библиография

- [1] Номенклатура ферментов. Рекомендации Международного биохимического союза по номенклатуре и классификации ферментов, а также единицам ферментов и символам кинетики ферментативных реакций. — М., 1979

УДК 663/664.777:006.354

ОКС 67.040,
67.050

Н59

ОКСТУ 9100

Ключевые слова: продукты пищевые функциональные, идентификация, растворимые и нерастворимые пищевые волокна, ферментативно-гравиметрический метод, общая массовая доля

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.06.2011. Подписано в печать 26.07.2011. Формат 60 × 84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 211 экз. Зак. 676.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 8.