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
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 нормативные положения следующих международных (региональных) документов и сводов правил:

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2011, 2019

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 4
10 Обработка результатов 4
11 Метрологические характеристики метода 5
12 Требования безопасности 5
13 Условия проведения испытания 5
Библиография 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5901 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11773 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15113.8 Концентраты пищевые. Методы определения золы

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25555.4 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения золы и щелочности общей и водорастворимой золы

ГОСТ 26313 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

Издание официальное

ГОСТ 26671 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 26809 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу[1)]

ГОСТ 26889 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений[2)]

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

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий[3)]

ГОСТ Р 51418 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте[4)]

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

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

Примечание — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять 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 массовой доли 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.

---

1) Действуют ГОСТ Р 55063—2012 «Сыры и сыры плавленые. Правила приемки, отбор проб и методы контроля», ГОСТ Р 55361—2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля».

2) Действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

3) Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

4) Действует ГОСТ 32045—2012 (ISO 5985:2002) «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания золы, нерастворимой в соляной кислоте».

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

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

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

Эфир петролейный.

Этиловый спирт 95 % об. по ГОСТ 5962.

Этиловый спирт 78 % об.: смешать 207 $см^3$ дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и 793 $см^3$ этанола 95 % об. по ГОСТ 5962.

Раствор фосфатного буфера 0,08 моль/$дм^3$, pH 6,0: растворяют 1,4 г динатрийгидрофосфата (Na_2HPO_4) по ГОСТ 245 или 1,752 г динатрий гидрофосфата дигидрата ($Na_2HPO_2 \cdot 2H_2O$) по ГОСТ 200 и 9,68 г натрия дигидрофосфата моногидрата ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$) по ГОСТ 11773 в 700 $см^3$ воды, доводят pH до 6,0 с помощью гидроокиси натрия (NaOH) по ГОСТ 4328 или фосфорной кислоты (H_3PO_4) по ГОСТ 6552, разбавляют водой по ГОСТ 6709 до 1000 $см^3$.

Раствор гидроокиси натрия (NaOH) 0,275 моль/$дм^3$: разбавляют 275 $см^3$ раствора гидроокиси натрия 1 моль/$дм^3$ водой до 1000 $см^3$.

Раствор соляной кислоты (HCl) 0,325 моль/$дм^3$. разбавляют 325 $см^3$ концентрированной соляной кислоты 1 моль/$дм^3$ дистиллированной водой до 1000 $см^3$.

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 $см^3$ 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 $см^3$.

Цилиндры мерные вместимостью 50 и 500 $см^3$ 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 $см^3$ на 1 г пробы. Обезжиренный образец высушивают в сушильном шкафу в течение одного часа при температуре 70 °С и помещают в эксикатор.

[1)] Допускается использование имеющихся в продаже готовых наборов реактивов (ферментов) для определения общих пищевых волокон (например, фирмы MERCK — Bioquant® Gesamtballastoffe 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.

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 см^3 и добавляют в каждый по 50 см^3 фосфатного буфера pH 6,0.

9.2 Испытание

9.2.1 С помощью пипеточного дозатора в каждый стакан вносят по 0,05 см^3 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 гидроокиси натрия молярной концентрации 0,275 моль/дм^3.

9.2.2 В каждый стакан вносят 0,05 см^3 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/дм^3.

9.2.3 Затем в каждый стакан с помощью пипеточного дозатора вносят 0,150 см^3 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 см^3 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 см^3, два раза порциями этилового спирта 95 % об. по 10 см^3 и два раза порциями ацетона по 10 см^3.

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, 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

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

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 15113.8, 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 15113.8, 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 среднего арифметического 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—2002 (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—2006 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563—96 (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

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

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 29.11.2019 Подписано в печать 03.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru