

膳食纤维测定仪测定大豆膳食纤维粉中的可溶性、不可溶性及总膳食纤维含量

一、前言

根据《GB/T 22494 大豆膳食纤维粉》，大豆膳食纤维粉是由大豆加工过程中产生的大豆皮和大豆渣，经提纯、分离、干燥、粉碎等处理而成的产品，是一种常见的食品原料，含有丰富的可溶性和不可溶性膳食纤维，此外，还含有丰富的氨基酸和少量植物脂肪。测定大豆膳食纤维粉的膳食纤维含量对于其质量把控、食效分类具有重要意义。本方案依照国标《GB 5009.88 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》，使用膳食纤维测定仪对大豆膳食纤维粉进行测定。

二、仪器

DF06 膳食纤维测定仪， K1100 全自动凯氏定氮仪，马弗炉，分析天平

三、实验过程

3.1、仪器准备

3.1.1、将 5 微米滤膜编号，于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_G 后，安装于过滤漏斗中，并安装至仪器相应位置处。

3.1.2、移取 350 μ l 的热稳定淀粉酶溶液，溶于盛有 50mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中；移取 3.5mL 的 10mg/mL 蛋白酶溶液，溶于盛有 47mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中；移取 700 μ l 的葡萄糖苷酶溶液，溶解于盛有 50mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中，然后将酶瓶安装至仪器相应位置处。

3.1.3、将酶解袋装于仪器相应位置处。

3.2、样品制备

精确称取混匀后的样品 10~12g（精确至 0.1mg）左右，记为 M_C 。将称好的样品转移至滤纸筒中。

将盛有样品的滤纸筒置于仪器萃取室内，向溶剂杯中加入沸程 30~60℃的石油醚，仪器参数设置如下：

萃取模式	萃取时间	萃取温度	试剂添加量	预干燥时间
索氏标准	270min	65°C	100mL	30min

抽提完成后，将残渣烘干至恒重，记为 m_D 。

3.3、总膳食纤维测定

准确称取样品 0.5g（精确至 0.1mg）左右，记为 M ，并转移置酶解袋中。设定酶解程序如下：

酶解	时间	温度
淀粉酶酶解	40min	95°C
蛋白酶酶解	30min	60°C
葡萄糖苷酶酶解	30min	60°C

在葡萄糖苷酶酶解开始前，用 3mol/L 的醋酸溶液调节酶解液 PH（60°C下）至 4.5 ± 0.2 （或可先添加 5mL 的 3mol/L 醋酸溶液后使用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节至该 PH 值）。设置沉淀及洗涤参数如下：

78%酒精沉淀添加量	260mL
沉淀时间	60min
抽滤时间	3600s
78%酒精冲洗用量	15mL
95%酒精冲洗用量	15mL

抽滤完成后，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105°C烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR} 。

3.4、不可溶性膳食纤维及可溶性膳食纤维测定

称样量及酶解的参数与与总膳食纤维测定方法相同，酶解结束后的洗涤参数设置如下：

抽滤时间	360s
洗涤热水用量	15mL

抽滤完成后，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR} 。将洗涤后的滤液收集在布氏漏斗下方的锥形瓶中，设置沉淀及洗涤参数如下：

78%酒精沉淀添加量	396mL
沉淀时间	60min
抽滤时间	3600s
78%酒精冲洗用量	15mL
95%酒精冲洗用量	15mL

沉淀完成后，在仪器上换装另一套装有恒重好的滤膜的漏斗及烧瓶，将沉淀好的溶液摇匀并倒入新的漏斗中抽滤。抽滤完成后，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR} 。

3.5、计算

每两份残渣按照国标 GB 5009.5，一份计算蛋白质质量 M_P ；另一份置于马弗炉中，于 550℃下灰化 3h 测定灰分，计算灰分质量 M_A 。

试剂空白按下公式计算：

$$M_B = \overline{M_{BR}} - M_{BP} - M_{BA}$$

M_B ：试剂空白质量 (g)

M_{BR} ：试剂空白残渣质量 (g)

M_{BP} ：试剂空白残渣中蛋白质质量 (g)

M_{BA} ：试剂空白残渣中灰分质量 (g)

试样中膳食纤维的含量按下公式计算：

$$X = \frac{(\overline{M_{GR}} - M_G) - M_P - M_A - M_B}{\bar{M} \times f} \times 100$$

$$f = \frac{M_C}{M_D}$$

M_{GR} : 试样残渣及处理后滤膜质量 (g)

M_G : 处理后滤膜质量 (g)

X : 试样中膳食纤维含量 (%)

M_P : 试样残渣中蛋白质质量 (g)

M_A : 试样残渣中灰分质量 (g)

M_B : 试剂空白质量 (g)

M : 试样取样量 (g)

f : 试样因脱糖脱脂导致质量变化的校正因子

M_C : 试样脱糖脱脂前质量 (g)

M_D : 试样脱糖脱脂后质量(g)

四、结果、讨论与注意事项

4.1、实验结果

实验选取的大豆膳食纤维粉样品经酶解、抽滤、烘干恒重、测定蛋白和灰分后，得到实验结果如下表所示，其中不可溶性膳食纤维（ISDF）的结果如下：

样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白质/g	残渣灰分/g	ISDF 含量/%	均值/%
大豆膳食纤维粉	0.5064	0.3748	0.0303		65.630	64.586
	0.5017	0.3587		0.0037		
	0.5009	0.3494	0.0232		63.543	
	0.5052	0.3531		0.0065		
	0.0000	0.0025	0.0015			
	0.0000	0.0043		0.0000		

可溶性膳食纤维（SDF）含量如下表：

样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白质/g	残渣灰分/g	SDF 含量/%	均值/%
大豆膳食纤维粉	0.5064	0.0580	0.0116		7.125	7.314
	0.5017	0.0563		0.0020		
	0.5009	0.0625	0.0152		7.503	
	0.5052	0.0641		0.0027		
	0.0000	0.0129	0.0053			
	0.0000	0.0130		0.0000		

4.2、讨论

总膳食纤维（TDF）为 ISDF 与 SDF 的加和，测得该大豆膳食纤维粉的总膳食纤维含量为 71.090%。

4.3、注意事项

大豆膳食纤维粉可部分残留于称量纸上，必要时可用不超过 2ml 缓冲溶液冲洗，洗液一并转移至酶解袋中。

参考文献

- [1] GB 5009.88 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定[s].