

膳食纤维测定仪测定营养液中的膳食纤维含量

一、前言

营养液是一种新型健康食品，因其口感独特、携带方便和营养丰富受到消费者的青睐。在配方设计中，膳食纤维作为一种功能性成分，不仅赋予果冻营养液更多的健康价值，还满足了现代消费者对健康饮食的需求。测定果冻营养液中的膳食纤维含量，对于评估其营养成分、优化产品设计以及市场推广具有重要意义。膳食纤维在调节肠道健康、促进消化系统功能、控制血糖和血脂方面具有显著作用，是维持人体健康不可或缺的营养成分。通过测定果冻营养液中的膳食纤维含量，可以明确其对健康的具体贡献，为消费者提供科学依据，帮助其选择更加营养均衡的食品。此外，膳食纤维的含量直接影响果冻营养液的市场定位和消费群体。在健康食品消费趋势不断上升的背景下，高膳食纤维产品具有更高的市场价值。测定并标注果冻营养液的膳食纤维含量，有助于提升产品的竞争力，为企业开发新产品、开拓健康食品市场提供支持。综上所述，测定果冻营养液中的膳食纤维含量不仅对营养学研究具有重要意义，还能为企业在功能性食品领域的发展提供科学依据和技术保障。本方案依照国标《GB 5009.88-2023 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营养液中的总膳食纤维进行测定，并对高温酶解法（第一法）与常温酶解法（第二法）的测试结果进行对比。

二、仪器

DF06 膳食纤维测定仪， K1100 全自动凯氏定氮仪，马弗炉，分析天平等

三、实验过程

3.1、仪器准备

3.1.1、将滤膜编号，于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_0 后，安装于过滤漏斗中，并安装至仪器相应位置处。

3.1.2、采用第一法时，移取 350 μ l 的热稳定淀粉酶溶液，溶于盛有 50mL 的顺丁烯二酸缓冲液的酶瓶中；移取 1.4mL 的 25mg/mL 蛋白酶溶液，溶于盛有 49mL 的顺丁烯二酸缓冲液的酶瓶中；移取 700 μ l 的葡萄糖苷酶溶液，溶解于盛有 50mL 的顺丁烯二酸缓冲液的酶瓶中，然后将酶瓶安装至仪器相应位置处。

3.1.3、采用第二法时，称取 0.7g 胰 α -淀粉酶、移取 35 μ L 淀粉葡萄糖苷酶溶液至离心管中，加入顺丁烯二酸缓冲液至总体积为 35mL，然后漩涡震荡 5 分钟使酶溶解，若溶解后底部有少许沉淀（一般为提取酶时的载体），可取上清液使用；移取 1.4mL 的 25mg/mL 蛋白酶溶液，溶于盛有 49mL 的顺丁烯二酸缓冲液的酶瓶中，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。

3.1.4、确保 95%乙醇、纯水、顺丁烯二酸缓冲液、醋酸溶液的对应试剂桶中试剂充足，然后将其与对应接头连接。

3.2、样品制备

准确称取混匀的样品 5g（精确至 0.1mg），记为 m_0 。（可用注射器，采用减量法称取）

3.3、总膳食纤维的测定-第一法

3.3.1、设定酶解程序如下：

热稳定 α -淀粉酶反应时间/min	40	95%乙醇沉淀用量/mL	260
淀粉葡萄糖苷酶反应时间/min	30	沉淀时间/min	60
蛋白酶反应时间/min	30	78%乙醇洗涤用量/mL	15
乙酸加液量/mL	2.0	95%乙醇洗涤用量/mL	15
溶抽滤方式	低	抽滤时间/min	10

3.3.2、在运行-第一法中选定设定酶解程序，开始运行，并按照步骤将酶解袋安装至仪器对应位置处，然后按照步骤提示将样品倒入酶解袋中。（注意避免样品粘在酶解袋内壁高于上压条的未知，否则应用带针头的注射器吸取缓冲液将样品冲入酶解袋，冲洗体积不超过两毫升）。

3.3.3、仪器自动进行酶解、乙酸溶液添加。然后根据弹窗提示测定（或需添加 1mol/L 氢氧化钠溶液或乙酸溶液调整）空白、样品的 pH 值为 4.3 ± 0.2 ，然后点击下一步。若需测定不可沉降性膳食纤维（SDFS），则需按照提示加入内标物，以进行后续的液相法测试。

3.3.4、仪器自动进行沉淀、抽滤，得到滤液与 TDF 的残渣，将附有残渣的滤纸取出，按照十字折叠后放置于样品架上，在 105℃烘箱中烘干至恒重（至少需 4 小时）并称重为 M_{GR} 。

3.4、总膳食纤维的测定-第二法

3.4.1、设定酶解程序如下：

混合酶反应时间/h	16	95%乙醇沉淀用量/mL	260
Tris 溶液加量/mL	5	沉淀时间/min	60
蛋白酶反应时间/min	30	78%乙醇洗涤用量/mL	15
乙酸加液量/mL	2.0	95%乙醇洗涤用量/mL	15
溶抽滤方式	低	抽滤时间/min	10

3.4.2、在运行-第二法中选定设定酶解程序，开始运行，并按照步骤将酶解袋安装至仪器对应位置处，

然后按照步骤提示将样品倒入酶解袋中。（注意避免样品粘在酶解袋内壁高于上压条的未知，否则应用带针头的注射器吸取缓冲液将样品冲入酶解袋，冲洗体积不超过两毫升）。

3.4.3、仪器自动进行混合酶酶解、Tris 溶液添加。然后根据弹窗提示测定（或需继续添加 Tris 溶液调整）空白、样品的 pH 值为 8.2 ± 0.2 ，然后点击下一步自动进行糖化终止、蛋白酶酶解、乙酸溶液添加。

3.4.4、乙酸添加完成后，根据弹窗提示测定（或需添加 1mol/L 氢氧化钠溶液或乙酸溶液调整）空白、样品的 pH 值为 4.3 ± 0.2 ，然后点击下一步。若需测定不可沉降性膳食纤维（SDFS），则需按照提示加入内标物，以进行后续的液相法测试。

3.4.5、仪器自动进行沉淀、抽滤，得到滤液与 TDF 的残渣，将附有残渣的滤纸取出，按照十字折叠后放置于样品架上，在 105°C 烘箱中烘干至恒重（至少需 4 小时）并称重为 M_{GR} 。

3.5、残渣灰分与蛋白的测定

每两份残渣中，一份按照国标《GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》第一法进行消解（推荐试剂量为硫酸铜 0.2g、硫酸钾 3g、硫酸 20mL， 420°C 下保温时间至少为 3 小时），蒸馏、滴定，计算蛋白质质量 M_P ；另一份置于马弗炉中，于 550°C 下灰化 3h 测定灰分，计算灰分质量 M_A 。

3.6、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°C 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_g : 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_0 : 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

实验选取的营养液样品经酶解、抽滤、烘干恒重、测定蛋白和灰分后，得到总膳食纤维含量如下表所示：

营养液 1-第一法							
样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%
营养液 1	5.1530	0.0355	0.0026	0.0073	0.345	0.363	9.94
	4.8815	0.0367					
	5.0727	0.0359	0.0027	0.0077	0.381		
	5.0110	0.0411					
	0.0000	0.0074	0.0005	0.0000			
	0.0000	0.0115					

营养液 1-第二法							
样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%
营养液 1	5.0437	0.0412	0.0053	0.0103	0.395	0.389	3.06
	5.0829	0.0408					
	5.1242	0.0369	0.0054	0.0077	0.383		
	5.0122	0.0389					
	0.0000	0.0091	0.0020	0.0011			
	0.0000	0.0078					

营养液 2-第二法							
样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%

营养液 2	5.1012	0.1229	0.0288		1.347	1.286	9.51
	5.1927	0.1357		0.0242			
	5.0477	0.1294	0.0278		1.225		
	5.0762	0.1233		0.0295			
	0.0000	0.0080	0.0014				
	0.0000	0.0088		0.0000			

4.2、讨论

营养液 1 采用第一法和第二法测得的总膳食纤维含量分别为 0.363%、0.389%，精密度均符合参考国标的要求，其方法见精密度为 6.91%，也符合参考国标的要求，说明采用两种方法测得的结果一致（也说明该样品中不含有抗性淀粉成分）。

营养液 2 采用第二法测得的总膳食纤维含量为 1.286，精密度符合参考国标的要求。

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].