

膳食纤维测定仪测定高纤复合零食中的总膳食纤维含量

一、前言

膳食纤维是一类对人体健康具有重要作用的碳水化合物，它在调节肠道健康、降低血脂、稳定血糖等方面发挥着关键作用。近年来，高纤复合零食因其健康属性和良好的饱腹感，受到越来越多消费者的青睐。然而，为了确保产品的健康价值和符合营养标签的标示要求，准确测定高纤复合零食中的膳食纤维含量具有重要意义。

首先，膳食纤维的含量直接影响食品的营养价值。科学合理的配方需要精确掌握膳食纤维的实际含量，以便优化产品配比，提高健康效益。同时，不同来源的纤维（如可溶性纤维和不溶性纤维）在功能性上存在差异，准确测定有助于指导产品的功能定位。

其次，测定膳食纤维含量对食品法规合规性至关重要。各国食品法规对膳食纤维的标注和声称有明确规定，如美国 FDA 和欧盟 EFSA 均对“高纤”食品设有最低含量标准。准确的测定数据能够确保产品符合市场准入要求，避免因标签误导导致的法律风险。

此外，膳食纤维含量的测定对于产品质量控制和研发优化也具有重要价值。通过测定不同批次产品的纤维含量，可以监测原料和生产工艺的稳定性，确保产品的一致性。同时，在新产品研发过程中，测定数据能够帮助研发人员调整配方，以达到理想的口感、质构和营养效果。

综上所述，准确测定高纤复合零食中的膳食纤维含量，不仅能确保产品的健康价值，还能满足法规要求，优化产品研发，并提升市场竞争力。

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高纤复合零食进行测定。

二、仪器

DF06 膳食纤维测定仪， K1160 全自动凯氏定氮仪， 马弗炉， 分析天平等

三、实验过程

3.1、仪器与试剂准备

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、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、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、样品预处理

3.2.1、脱水

将滤纸筒在 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下烘干 1 小时并记录质量，然后称取至少 10g 样品于滤纸筒中。

将样品于 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下烘干至少 4 个小时（或至恒重），并记录滤纸筒与恒重后样品的总重。

3.2.2、脱脂+脱水

按照 3.2.1 准备滤纸筒和称样。

将滤纸筒放入索氏提取器（本报告采用海能 SOX606 索氏提取仪），在洁净的接收杯中加入 100mL 的石油醚（沸程为 $30^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$ ），然后将接收杯安装到位。设置抽提程序：抽提温度为 65°C 、抽提时间为 180 分钟、预干燥时间为 30 分钟。运行仪器进行脱脂。

仪器运行结束后，按照 3.2.1 进行样品恒重。

3.2.3、脱糖+脱水

按照 3.2.1 准备滤纸筒和称样。

将滤纸筒放入烧杯中，缓缓向滤纸筒中加入 85%乙醇至液面没过所有样品，浸泡 5 分钟后倒出乙醇溶液，重复该步骤三次。

按照 3.2.1 进行样品恒重。

3.2.4、损失因子计算

按照以下公式计算样品的损失因子 f：

$$f = \frac{m}{(m_1 - m_0)}$$

m：原始样品的称样量，g；

m_1 ：恒重后样品与滤纸筒的总重，g；

m_0 ：滤纸筒的重量，g。

3.3、称样

准确称取处理后的样品 1.0g（精确至 0.1mg），记为 m_0 。

3.3、总膳食纤维（TDF）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	60	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	1.5	95%乙醇洗涤用量/mL	15
溶抽滤方式	低	抽滤时间/min	20

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 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} 。

3.3.5、每两份残渣中，一份按照国标《GB 5009.5-2025 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℃ 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℃ 下灰化 3h 测定灰分，计算灰分质量 M_A 。

3.4、计算

每两份残渣按照国标 GB 5009.5-2023 进行计算，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_0 : 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_0 : 试样脱糖脱脂后质量 (g)

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的高纤复合零食样品经酶解、抽滤、烘干恒重、测定蛋白和灰分后，得到的总膳食纤维含量如下表所示：

样品	损失因子	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%
高纤 复合零食 1	1.6794	1.0074	0.2000	0.0479	0.0157	7.741	7.662	2.07
		1.0031	0.2002					
		1.0023	0.1999	0.0493	0.0150	7.582		
		1.0076	0.1961					
		0.0000	0.0104	0.0017	0.0030			
		0.0000	0.0106					

样品	损失因子	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%
高纤 复合零食 2	1.7245	1.0059	0.2044	0.0494	0.0147	8.038	8.077	0.95
		1.0010	0.2098					
		1.0011	0.2083	0.0488	0.0144	8.115		
		1.0044	0.2065					
		0.0000	0.0069	0.0013	0.0026			
		0.0000	0.0087					

样品	损失因子	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	TDF/%	均值/%	精密度/%
高纤 复合零食 3	1.3925	1.0063	0.1738	0.0191	0.0161	9.537	9.785	5.05
		1.0057	0.1751					
		1.0075	0.1811	0.0189	0.0167	10.032		
		1.0026	0.1822					
		0.0000	0.0092	0.0016	0.0030			
		0.0000	0.0113					

4.2、讨论

三种高纤复合零食的总膳食纤维含量分别为 7.662%、8.077%、9.785%，精密度均符合参考标准。

五、注意事项

样品预处理完成后，应粉碎或研磨为粉状后再上机测试。某些高纤复合零食样品由于具有较高的糖分，其处理后仍具有较高粘度，粉末容易结块，因此不宜存放过久，应在预处理后尽快测试。

抽滤时，可先将抽滤瓶连接至仪器，使漏斗中的滤液依靠重力过滤，当流速低于 3 滴/s 时，再将抽滤瓶连接至仪器进行抽滤。若抽滤后内斗壁上有残渣挂壁，则用药匙刮落至滤膜上即可。

参考文献

[1] GB 5009.88-2023 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定[s].