

膳食纤维测定仪测定三种抗性麦芽糊精中的总膳食纤维（包括不可沉降性膳食纤维 SDFS）的含量

一、前言

在食品中检测膳食纤维，特别是不可沉降性膳食纤维（SDFS），具有重要的营养学和公共健康意义。随着人们对健康饮食和慢性疾病预防意识的增强，膳食纤维的营养功能愈发受到重视。传统的膳食纤维检测方法主要关注不可溶性膳食纤维（ISDF）和可溶性可沉降性膳食纤维（SDFP），而对于 SDFS 这类低分子、可溶性但仍具膳食纤维生理功能的成分，往往未能有效覆盖，导致对食品总膳食纤维含量的评估存在偏差。

SDFS 主要包括低聚果糖、低聚半乳糖、抗性糊精等成分，这些物质虽然具有较好的可溶性，但它们不被小肠吸收，进入大肠后可被肠道微生物发酵利用，促进有益菌生长，产生短链脂肪酸（如丁酸），从而在调节肠道菌群、改善肠道环境、增强免疫功能、调控血糖和血脂水平等方面发挥积极作用。相较于传统膳食纤维，SDFS 在某些健康功能上的表现甚至更加突出。因此，全面而准确地检测 SDFS，对于科学评价食品的营养价值具有重要意义。

在食品研发领域，准确掌握产品中的 SDFS 含量，有助于企业优化配方，提升产品的功能性与市场竞争力，特别是在开发益生元食品、代餐产品或针对特定人群（如糖尿病患者、肠道敏感人群等）的功能性食品时更为关键。另一方面，从营养标签标识角度出发，越来越多国家和地区的法规要求对“膳食纤维”进行明确定义和全面测定，若未能考虑 SDFS 的贡献，将可能导致标签信息不完整或误导消费者。

然而，SDFS 的检测由于其理化性质特殊，通常需要结合酶解、过滤和高效液相色谱等步骤，操作过程较为复杂、技术要求高，因此也对实验人员的专业能力和实验设备提出更高的要求。随着 AOAC 方法（如 2011.25 和 2022.01）和国标（GB5009.88-2023）的发展和推广，越来越多实验室开始具备进行 SDFS 检测的能力，这也为提升整体膳食纤维检测的准确性和标准化水平提供了保障。

综上所述，食品中 SDFS 的检测不仅对于营养科学研究和食品工业应用具有现实意义，也在公共健康和消费指导层面发挥着不可忽视的作用。加强 SDFS 检测技术的研究和普及，将有助于推动更科学、精准的食品营养评价体系建设。

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三种抗性麦芽糊精进行测定，并使用高效液相色谱法测定其 SDFS 的含量。

二、仪器

DF06 膳食纤维测定仪， K1160 全自动凯氏定氮仪， K2025 高效液相色谱仪， 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、移取 350 μ L 的热稳定 α -淀粉酶溶液，溶于盛有 50mL 的顺丁烯二酸缓冲溶液的酶瓶中，然后将酶瓶安装至仪器相应位置处；700 μ L 的 50mg/mL 蛋白酶溶液，溶于盛有 47mL 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；移取 700 μ L 的淀粉葡萄糖苷酶溶液，溶于盛有 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、确保 95%乙醇、纯水（三级，下同）、顺丁烯二酸缓冲液、醋酸溶液的对应该试剂桶中试剂充足，然后将其与对应接头连接。

3.2、准确称取样品 0.25g（精确至 0.1mg），使用称量纸盛放，注意避免气流吹拂样品导致质量损失。

3.3、HMWDF（（高分子量膳食纤维，即不可溶性膳食纤维 ISDF 与可溶性可沉降性膳食纤维 SDFP 之和））的测定

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	95%乙醇洗涤用量/mL	15
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，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 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 , 然后向需测定不可沉降性膳食纤维 (SDFS) 的样品中准确加入 2mL 的 100mg/mL 的二甘醇内标液。

3.3.4、仪器自动进行 95%乙醇添加、计时沉淀、抽滤和残渣洗涤。若抽滤结束后, 内斗中仍存有滤液, 则需在调试界面手动开启抽滤, 将滤液全部收集至抽滤瓶中。程序结束后, 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} 。

3.4、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} 。

3.5、用量筒移取 200mL 滤液至烧瓶中, 设定旋转蒸发仪的参数为 $50^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$, 转速为 100rpm, 然后将盛有滤液的烧瓶安装到旋转蒸发仪对应位置处, 将滤液旋蒸至近干。

3.6、用 20mL 纯水将近干溶液复溶。充分溶解后, 取 5mL 溶液至离心管中, 离心管中提前分别加入 2g 的阴离子交换树脂 (OH^{-}) 和氢离子交换树脂 (H^{+}), 然后反复颠倒混合至少 5 分钟进行脱盐, 然后静置 10 分钟后将上清液转移至新的离心管中。再向有离子交换树脂的离心管中加入 5mL 纯水, 重复颠倒混合和静置的过程, 然后将上清液合并至新的离心管中。

3.7、将脱盐后的溶液过 $0.45 \mu\text{m}$ 水相膜后, 上液相色谱仪检测, 按照参考国标设置液相色谱仪的参数。

3.8、HMWDF 计算

试剂空白按下公式计算:

$$M_{\text{B}} = \overline{M_{\text{BR}}} - M_{\text{BP}} - M_{\text{BA}}$$

M_{B} : 试剂空白质量, g;

$\overline{M_{\text{BR}}}$: 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。

HMWDF 按下公式计算，书写相同的参数应对应好相应的测试指标：

$$X_{\text{HMWDF}} = \frac{(\overline{M_{\text{GR}}} - M_{\text{G}}) - M_{\text{P}} - M_{\text{A}} - M_{\text{B}}}{\bar{M} \times f} \times 100\%$$

$$f = \frac{M_{\text{C}}}{M_{\text{D}}}$$

M_{GR} : 试样残渣及处理后滤膜质量, g;

M_{C} : 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 : 试样因脱水、脱糖、脱脂导致质量变化的校正因子, 若样品经多次处理, 则将每个校正因子相乘, 得到总的校正因子; 若试样无需处理, 则为 1;

M_{C} : 试样预处理前质量, g;

M_{D} : 试样预处理后质量, g;

3.9、SDFS 计算

$$X_{\text{SDFS}} = \frac{PA_{\text{SDFS}} \times m_{\text{IS}}}{PA_{\text{IS}} \times m \times Rf \times f} \times \frac{100}{1000}$$

PA_{SDFS} : 试样上机液中待测物质的峰面积, RIU · s;

m_{IS} : 滤液中加入的内标物的质量, mg;

PA_{IS} : 试样上机液中内标物的峰面积, RIU · s;

m : 试样的称样量, g;

Rf : 标准物质与内标物质的响应因子, 经测试, 响应因子 $Rf=1.3481$;

f : 同 3.8 中 f ;

100: 转换为百分比含量的系数;

1000: mg 转换为 g 的系数。

四、结果与讨论

经过分析检测，3 中抗性麦芽糊精样品中的 HMWDF 含量如下表：

样品	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/%	HMWDF/%	均值/%	精密度/%
抗性麦芽糊精 1	0.2542	0.0122	0.0010		2.614	2.696	6.02
	0.2554	0.0113		0.0032			
	0.2538	0.0112	0.0012		2.777		
	0.2509	0.0134		0.0032			
	0.0000	0.0033	0.0006				
	0.0000	0.0039		0.0021			
抗性麦芽糊精 2	0.2557	0.0070	0.0006		0.390	0.377	7.00
	0.2528	0.0061		0.0027			
	0.2542	0.0081	0.0009		0.364		
	0.2533	0.0057		0.0028			
	0.0000	0.0051	0.0006				
	0.0000	0.0048		0.0021			
抗性麦芽糊精 3	0.2505	0.0096	0.0007		1.978	2.080	9.76
	0.2536	0.0096		0.0019			
	0.2518	0.0103	0.0013		2.181		
	0.2549	0.0116		0.0021			
	0.0000	0.0041	0.0005				
	0.0000	0.0051		0.0021			

三种抗性糊精样品中的 SDFS 含量如下表：

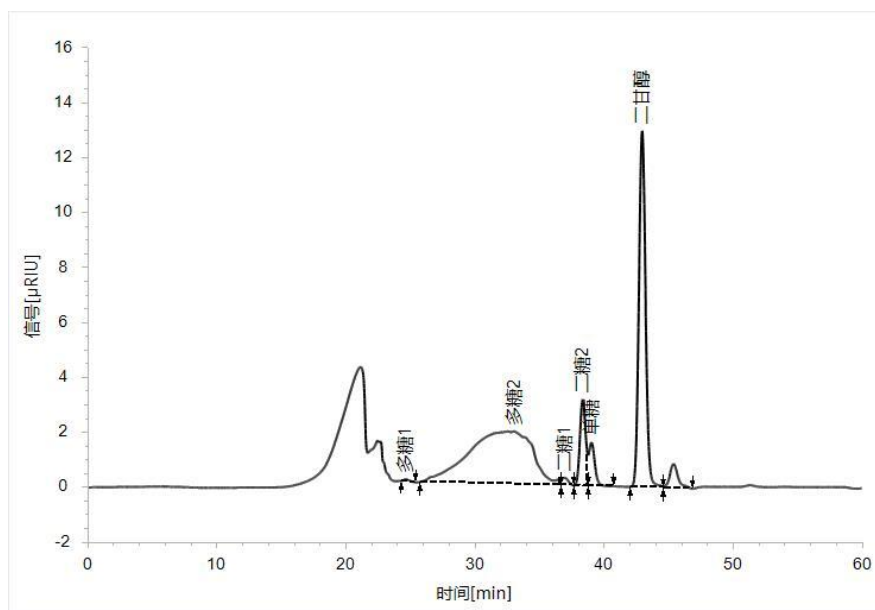
样品	称样量/g	二甘醇质量/mg	二甘醇峰面积/ $\mu\text{RIU} \cdot \text{s}$	SDFS 总峰面积/ $\mu\text{RIU} \cdot \text{s}$	SDFS/%	均值/%	精密度/%
抗性麦芽糊精 1	0.2542	200	465.908	667.175	83.574	81.685	4.63
	0.2554		473.579	650.553	79.795		
抗性麦芽糊精 2	0.2527		481.321	721.779	88.038	84.700	7.88
	0.2528		442.065	612.885	81.362		
抗性麦芽糊精 3	0.2505		465.222	734.705	93.530	90.529	6.63
	0.2536		473.591	708.588	87.528		

三种抗性麦芽糊精中的 TDF 含量计算结果如下表：

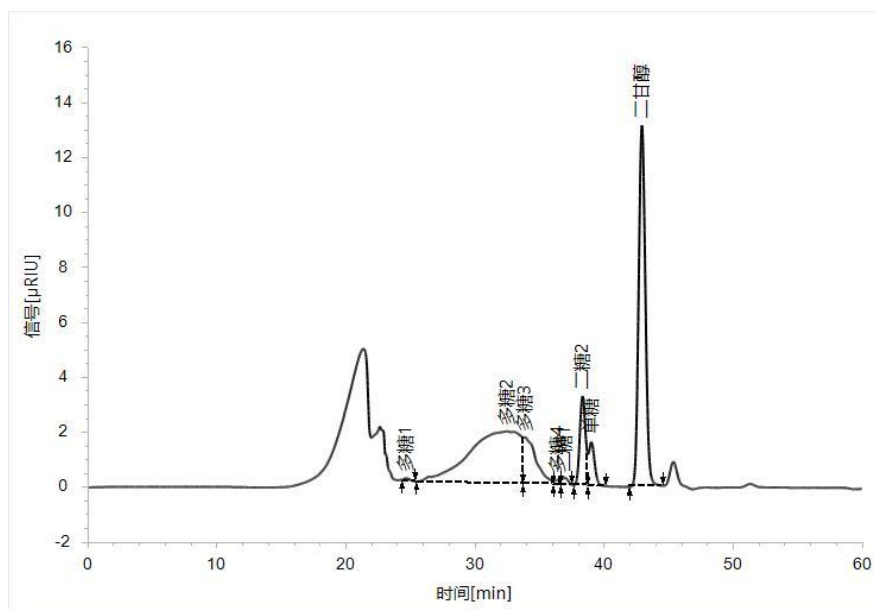
样品	湿基			干基		
	HMWDF/%	SDFP/%	TDF/%	HMWDF/%	SDFP/%	TDF/%
抗性麦芽糊精 1	2.696	81.685	84.381	2.840	86.057	88.897
抗性麦芽糊精 2	0.337	84.700	85.037	0.348	87.581	87.930
抗性麦芽糊精 3	2.080	90.529	92.609	2.151	93.638	95.789

其中，经快速水分测定仪测试，抗性麦芽糊精 1 的水分含量为 5.08%，抗性麦芽糊精 2 的水分含量为 3.39%，抗性麦芽糊精 3 的水分含量为 3.32%。三种抗性麦芽糊精的 HMWDF 与 SDFS 测定结果的精密度均符合参考国标[1]的要求，即精密度不超过 20%。

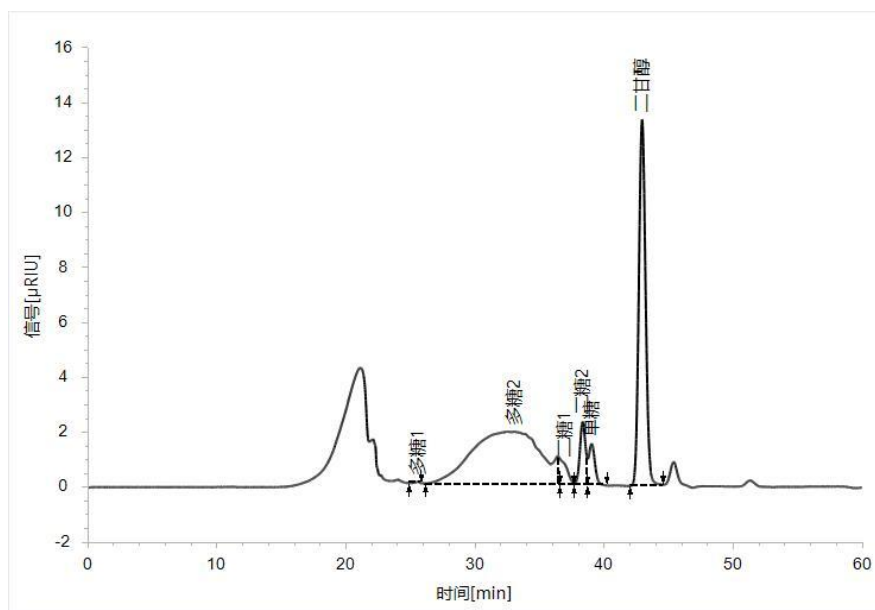
三种样品的液相谱图如下（每种样品平行选取 1 个谱图，SDFS 的保留时间为 23.8min~36.2min，多糖的峰即为样品中 SDFS 的保留峰）：



样品 1 的 SDFS 保留时间与待测物峰形



样品 2 的 SDFS 保留时间与待测物峰形



样品 3 的 SDFS 保留时间与待测物峰形

五、参考

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