



中华人民共和国国家标准

GB 5009.88—2023

食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 5009.88—2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》。

本标准与 GB 5009.88—2014 相比,主要变化如下:

- 修改了方法适用范围;
- 修改了术语和定义;
- 增加了试样酶解条件;
- 增加了对不可沉淀的可溶性膳食纤维的液相色谱测定方法;
- 修改了膳食纤维计算公式。

食品安全国家标准

食品中膳食纤维的测定

1 范围

本标准规定了食品中膳食纤维的测定方法。

本标准适用于植物性食品及其制品以及添加了膳食纤维组分的食品中总膳食纤维、可溶性膳食纤维、不溶性膳食纤维的测定。

2 术语和定义

2.1 膳食纤维 dietary fiber; DF

不能被人体小肠消化吸收、聚合度 ≥ 3 的碳水化合物聚合物。

膳食纤维根据来源分为：天然存在于植物可食用部分中的碳水化合物聚合物，如植物细胞壁的纤维素、半纤维素、果胶、木质素等；采用物理、酶解或化学手段，由食物原料中分离提取或合成获得，并经科学证据证明具有有益生理作用的碳水化合物聚合物。

2.2 可溶性膳食纤维 soluble dietary fiber; SDF

能溶于水的膳食纤维部分，包括不可消化的低聚糖和部分多聚糖等。

检测过程中根据可否被 78%乙醇沉淀，分为可沉淀的可溶性膳食纤维(SDFP)和不可沉淀的可溶性膳食纤维(SDFS)。

2.3 不溶性膳食纤维 insoluble dietary fiber; IDF

不能溶于水的膳食纤维部分。

2.4 总膳食纤维 total dietary fiber; TDF

可溶性膳食纤维与不溶性膳食纤维之和。

3 原理

试样经匀质化处理，采用酶解去除淀粉和蛋白质后，得到不可消化的酶解液。

将酶解液用 78%乙醇沉淀，收集沉淀部分经洗涤、干燥、称重后，测定残渣中部分 DF(包括 IDF 和 SDFP)质量；收集滤液部分，经脱盐、浓缩后，采用液相色谱法(内标法)测定 SDFS，二者之和为 TDF。

将酶解液直接抽滤并用热水洗涤，收集滤渣部分经洗涤、干燥、称重后测定 IDF 残渣质量。收集滤液部分再用 78%乙醇沉淀，沉淀经干燥、称重后测定 SDFP 残渣质量，滤液部分测定 SDFS，SDFS 和 SDFP 之和为 SDF。

TDF、IDF 和 SDFP 残渣质量需扣除残留的蛋白质、灰分和试剂空白质量，即可得到相应部分的膳食纤维含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 试剂

4.1.1 95%乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。

4.1.2 丙酮(CH_3COCH_3)。

4.1.3 石油醚:沸程 30℃~60℃。

4.1.4 氢氧化钠(NaOH)。

4.1.5 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

4.1.6 三羟甲基氨基甲烷($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$, Tris)。

4.1.7 顺丁烯二酸($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)。

4.1.8 浓盐酸(HCl)。

4.1.9 冰乙酸($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$)。

4.1.10 浓硫酸(H_2SO_4)。

4.1.11 二水合氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.1.12 胰 α -淀粉酶: CAS 号 9000-90-2, 40 U/mg~60 U/mg, 于-20℃冰箱储存。酶活性单位定义及酶活性判定标准参照附录 A。

4.1.13 热稳定 α -淀粉酶液: CAS 号 9000-85-5, ≥ 250 U/mg, 于 0℃~5℃冰箱储存。酶活性单位定义及酶活性判定标准参照附录 A。

4.1.14 蛋白酶: CAS 号 9014-01-1, 7 U/mg~15 U/mg, 于 2℃~8℃冰箱储存。酶活性单位定义及酶活性判定标准参照附录 A。

4.1.15 淀粉葡萄糖苷酶液: CAS 号 9032-08-0, 30 U/mg~60 U/mg, 于 2℃~8℃冰箱储存。酶活性单位定义及酶活性判定标准参照附录 A。

4.1.16 硅藻土: CAS 号 68855-54-9。

4.1.17 弱碱性丙烯酸系阴离子交换树脂(OH^-): 功能基团为叔胺基的交联丙烯酸凝胶, 平均粒径 0.50 mm~0.75 mm, 离子交换容量(以 OH^- 计) ≥ 1.6 mmol/mL。

4.1.18 强酸性氢离子交换树脂(H^+): 功能基团为磺酸(SO_3^-)的苯乙烯-二乙烯基苯共聚物, 平均粒径 0.82 mm~1.00 mm, 离子交换容量(以 H^+ 计) ≥ 1.6 mmol/mL。

注: 可采用 Na^+ 型离子交换树脂, 使用前需转化为 H^+ 型: 量取 500 mL Na^+ 型离子交换树脂于 5 L 烧杯中, 加入 2 L 1 mol/L 盐酸溶液, 浸泡 1 h, 间隔 5 min 搅拌 1 次; 待树脂沉淀后, 弃去上清液, 再加入 4 L 水, 搅拌 5 min 后静置, 待树脂沉淀后, 弃去上清液; 将树脂转移到预先铺好滤纸的过滤器上, 用水冲洗树脂, 直到树脂 pH 在 4~7 之间, 备用。

4.2 试剂配制

4.2.1 乙醇溶液(78%): 取 821 mL 95%乙醇, 用水稀释并定容至 1 L, 混匀。

4.2.2 乙醇溶液(85%): 取 895 mL 95%乙醇, 用水稀释并定容至 1 L, 混匀。

4.2.3 盐酸溶液(1 mol/L): 量取 83 mL 浓盐酸, 缓慢加入 500 mL 水中, 混合均匀后加水稀释至 1 L。

4.2.4 盐酸溶液(2 mol/L): 量取 167 mL 浓盐酸, 缓慢加入 500 mL 水中, 混合均匀后加水稀释至 1 L。

4.2.5 氢氧化钠溶液(4 mol/L): 称取 16 g 氢氧化钠, 缓慢加入 60 mL 水, 溶解后加水稀释至 100 mL, 混匀。

4.2.6 氢氧化钠溶液(1 mol/L): 称取 4 g 氢氧化钠, 缓慢加入 60 mL 水, 溶解后加水稀释至 100 mL, 混匀。

4.2.7 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L): 称取 0.4 g 氢氧化钠, 缓慢加入 60 mL 水, 溶解后加水稀释至 100 mL, 混匀。

4.2.8 顺丁烯二酸缓冲液(50 mmol/L): 称取 11.6 g 顺丁烯二酸溶于 1 600 mL 水中, 用 4 mol/L 氢氧

化钠溶液调整至 pH=6.0,再加入 0.6 g 二水合氯化钙,加水稀释至 2 L。在 4 °C 避光保存,保存期不超过 1 个月。

4.2.9 三羟甲基氨基甲烷(Tris)溶液(0.75 mol/L):称取 90.8 g Tris 固体溶于约 800 mL 水中,加水稀释至 1 L。

4.2.10 乙酸溶液(2 mol/L):量取 115 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 L。

4.2.11 混合酶溶液:取 0.5 g 胰 α -淀粉酶与 0.05 g 淀粉葡萄糖苷酶,用 50 mL 50 mmol/L 顺丁烯二酸缓冲液配成每毫升含 400 U 胰 α -淀粉酶和 30 U 淀粉葡萄糖苷酶的溶液,涡旋振荡 5 min。临用现配。

注:如需降低淀粉酶解时间,可配制高浓度混合酶溶液,即胰 α -淀粉酶和淀粉葡萄糖苷酶浓度分别为 800 U/mL 和 340 U/mL。

4.2.12 蛋白酶溶液:取 2.5 g 蛋白酶,用 50 mL 50 mmol/L 顺丁烯二酸缓冲液配成每毫升含 50 mg 的蛋白酶溶液,涡旋振荡 5 min。临用现配。使用前于 4 °C 储存。

4.2.13 酸洗硅藻土:取 200 g 硅藻土于 600 mL 的 2 mol/L 盐酸中,浸泡过夜,过滤,用水洗至滤液为中性,置于 550 °C \pm 5 °C 马弗炉中灼烧后备用。

4.2.14 重铬酸钾洗液:称取 100 g 重铬酸钾,用 200 mL 水溶解,把烧杯放于冷水中冷却后,缓慢加入 1 800 mL 浓硫酸混合,边加边用玻璃棒搅动,防止溅出。

4.3 标准品

4.3.1 二甘醇($C_4H_{10}O_3$):CAS 号 111-46-6,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.3.2 D-葡萄糖($C_6H_{12}O_6$):CAS 号 50-99-7,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.3.3 蔗糖三糖($C_{18}H_{32}O_{16}$):CAS 号 470-69-9,纯度 $\geq 98\%$ 。

4.3.4 D-麦芽糖一水合物($C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$):CAS 号 69-79-4,纯度 $\geq 98\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 二甘醇内标溶液(100 mg/mL):准确称取 10 g(精确至 0.1 mg)二甘醇,用水稀释,转移至 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。临用现配。

4.4.2 D-葡萄糖标准溶液(10 mg/mL):准确称取 1.0 g(精确至 0.1 mg)D-葡萄糖,用水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。临用现配。

4.4.3 D-葡萄糖/二甘醇溶液标准系列工作液:分别吸取 0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL 和 8.0 mL 10 mg/mL D-葡萄糖标准溶液至 10 mL 容量瓶中,再加入 0.2 mL 100 mg/mL 二甘醇内标溶液,加水稀释并定容至刻度。标准系列工作液中 D-葡萄糖含量分别相当于 0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、2.0 mg/mL、4.0 mg/mL 和 8.0 mg/mL,二甘醇含量相当于 2.0 mg/mL。临用现配。

4.4.4 定性用标准溶液:称取约 0.10 g 蔗糖三糖和 0.10 g D-麦芽糖一水合物,用水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 100 mg/mL 二甘醇内标溶液,加水定容至刻度。临用现配。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.1 mg 和 1 mg。

5.2 膳食纤维测定装置

5.2.1 真空过滤装置:真空泵或有调节装置的抽吸器。1 L 抽滤瓶,侧壁有抽滤口,带与抽滤瓶配套的橡胶塞,用于酶解液抽滤。

5.2.2 恒温振荡水浴箱:带自动计时器,控温范围在室温 +5 °C ~ 100 °C,温度波动 ± 1 °C。

5.2.3 高型无导流口烧杯:400 mL 或 600 mL。

5.2.4 坩埚:具粗面烧结玻璃板,孔径 40 μ m ~ 60 μ m。清洗后的坩埚在马弗炉中 550 °C \pm 25 °C 灰化

6 h, 炉温降至 130 °C 以下取出, 于重铬酸钾洗液中室温浸泡 2 h, 分别用自来水和水冲洗干净, 最后用 15 mL 丙酮冲洗后风干。用前, 加入约 1.0 g 硅藻土, 130 °C ± 3 °C 烘至恒重; 取出坩埚, 在干燥器中冷却约 1 h, 称量记录坩埚质量(含硅藻土, m_G), 精确至 0.1 mg。

5.3 高效液相色谱仪(HPLC): 配置示差折光检测器和 80 °C 柱温箱。

5.4 烘箱: 40 °C ± 1 °C, 105 °C ± 2 °C, 130 °C ± 3 °C。

5.5 马弗炉: 550 °C ± 25 °C。

5.6 旋转蒸发仪。

5.7 干燥器: 二氧化硅或同等的干燥剂。

5.8 pH 计: 具有温度补偿功能, 精度 ± 0.1。用前用 pH 4.0、7.0 和 10.0 标准缓冲液校正。

5.9 水相微孔滤膜: 孔径 0.45 μm。

5.10 匀浆机或粉碎机。

6 分析步骤

6.1 试样制备

所有试样均需匀质处理。必要时可根据水分、脂肪和糖的含量进行脱水、脱脂或脱糖处理。

6.1.1 匀质处理

固体试样经碾磨、粉碎、混匀后备用, 半固体、液体试样经匀浆混匀后备用。

6.1.2 脱水

水分含量 ≥ 70% 且不易混匀的固体、半固体及含有沉浮物的液体试样, 称取适量试样(m_C , 不少于 50 g), 置于 105 °C ± 2 °C 烘箱干燥 4 h。将试样转至干燥器中, 待试样温度下降到室温后称量(m_D)。根据干燥前后试样质量, 计算试样质量变化因子(f)。干燥后试样匀质化处理, 置于干燥器中待用。

注: 也可参照 GB 5009.3 采用减压干燥的方法。

6.1.3 脱脂

脂肪含量 ≥ 10% 的试样, 称取适量试样(m_C , 不少于 50 g), 置于 1 000 mL 锥形瓶中, 加入 500 mL 石油醚混匀、放气, 振摇 2 min, 放置 10 min 后, 去除石油醚, 连续 3 次。脱脂后试样混匀再按 6.1.2 进行干燥, 称量(m_D), 计算处理后试样质量变化因子(f)。试样匀质化处理, 置于干燥器中待用。

注: 若试样脂肪含量未知, 可按先脱脂再干燥粉碎的方法处理。

6.1.4 脱糖

称适量试样(m_C , 不少于 50 g), 置于 1 000 mL 锥形瓶中, 加入 500 mL 85% 乙醇溶液, 混匀, 振摇 2 min, 去除乙醇溶液部分, 连续 3 次。脱糖后试样置于 40 °C 烘箱内干燥过夜, 称量(m_D), 计算处理后试样质量变化因子(f)。试样匀质化处理, 置于干燥器中待用。

注: 一般情况下试样无需脱糖处理, 如试样因糖含量较高导致黏度过大, 影响后续酶解、抽滤效果, 宜采用脱糖处理; 需要测定 SPFS 的试样不宜进行脱糖处理。

6.2 称样

准确称取 2 份待测试样(m), 精确至 0.1 mg, 2 份试样质量差 ≤ 0.005 g。一般固体试样称取 0.25 g ~ 3 g, 液体试样称取 1.0 g ~ 5.0 g。

6.3 酶解

将试样转置于 400 mL~600 mL 高脚烧杯中,加入 50 mmol/L 顺丁烯二酸缓冲液 35 mL,用磁力搅拌直至试样完全分散在缓冲液中。同时制备 2 个空白样品同步操作。

注:搅拌均匀,避免试样结成团块,以防止酶解过程中试样不能与酶充分接触。

6.3.1 淀粉酶酶解

6.3.1.1 酶解条件 1(适用于不含抗性淀粉的试样)

热稳定 α -淀粉酶酶解:向高脚烧杯中加入 50 μ L 热稳定 α -淀粉酶液,缓慢搅拌,加盖铝箔,置于 95 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温振荡水浴箱中,当温度升至 95 $^{\circ}\text{C}$ 开始计时,振摇反应 35 min。将烧杯取出,冷却至 60 $^{\circ}\text{C}$,打开铝箔盖,用刮勺将烧杯内壁的糊状物以及烧杯底部的胶状物刮下,用 5 mL 50 mmol/L 顺丁烯二酸缓冲液冲洗烧杯壁和刮勺。

注:为帮助淀粉分散,可适当加入 10 mL~15 mL 二甲基亚砜。

淀粉葡萄糖苷酶酶解:向高脚烧杯中边搅拌边加入 100 μ L 淀粉葡萄糖苷酶液,盖上铝箔,继续置于 60 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中,当水温至 60 $^{\circ}\text{C}$ 时计时,振摇反应 30 min。

6.3.1.2 酶解条件 2(适用于所有试样)

向高脚烧杯中加入 5 mL 胰 α -淀粉酶和淀粉葡萄糖苷酶混合酶溶液,缓慢搅拌,加盖铝箔,置于 37 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温振荡水浴箱中持续振摇,当温度升至 37 $^{\circ}\text{C}$ 开始计时,酶解 16 h。

注:如采用高浓度混合酶溶液,酶解时间可适当缩减,不少于 4 h。

打开铝箔盖,向试样溶液中加入 3.0 mL 0.75 mol/L Tris 溶液,使试样溶液 pH 至 8.2 \pm 0.2。盖上铝箔,置于 95 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$ 水浴箱中水浴加热约 20 min,不时轻摇烧杯。取出烧杯冷却至 60 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.2 蛋白酶酶解

向每个烧杯中加入 100 μ L 蛋白酶溶液(如为动物性食品加入 500 μ L 蛋白酶溶液),盖上铝箔,置于 60 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中持续振摇 30 min。打开铝箔盖,边搅拌边加入 4 mL 2 mol/L 乙酸溶液,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液或 1 mol/L 盐酸溶液调 pH 至 4.3 \pm 0.2。

注:一定要在 60 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 调 pH,因为温度降低会使 pH 升高。注意空白样的 pH 测定,保证 pH 在适宜范围内。

6.3.3 加入内标溶液

如测定 SDFS,向酶解液中加入 2 mL 100 mg/mL 二甘醇内标溶液,混匀。

6.4 总膳食纤维(TDF)的测定

6.4.1 沉淀

向试样酶解液中,加入 4 倍体积已预热至 60 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 的 95%乙醇。取出烧杯,盖上铝箔,室温条件下沉淀 1 h~2 h。

6.4.2 抽滤

取已处理的坩埚,用 15 mL 78%乙醇润湿硅藻土并展平,接上真空抽滤装置,抽去乙醇使坩埚中硅藻土平铺于滤板上。将试样乙醇沉淀液转移入坩埚中抽滤,用刮勺和 78%乙醇将高脚烧杯中所有残渣转至坩埚中,用 15 mL 78%乙醇洗涤残渣 2 次。收集滤液转移至 500 mL 容量瓶中,使用 78%乙醇定容至刻度,用于 SDFS 的测定,残渣用于 IDF 和 SDFP 的测定。

6.4.3 残渣测定

6.4.3.1 残渣质量:残渣分别用 15 mL 95%乙醇洗涤 2 次,15 mL 丙酮洗涤 2 次,抽滤去除洗涤液。将坩埚连同残渣置于烘箱内于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干过夜。将坩埚转移至干燥器内冷却 1 h,称量包括坩埚质量及残渣质量(m_{GR}),精确至 0.1 mg,减去坩埚质量,计算试样残渣质量(m_{R})。

6.4.3.2 蛋白质和灰分的测定:取 1 份试样残渣参照 GB 5009.5 测定蛋白质含量(m_{P}),折算系数为 6.25。取另一份试样参照 GB 5009.4 测定灰分含量,即在 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灰化 4 h 后转至干燥器中,冷却后精确称量坩埚及残渣总质量(m_{GA}),精确至 0.1 mg,减去坩埚质量,计算灰分质量(m_{A})。

6.4.4 SDFS 的测定

注:无添加膳食纤维组分的试样,由于大部分植物性食品及其制品 SDFS 含量较低,因此测定 TDF 时也可不包含 SDFS 部分。

6.4.4.1 浓缩:取 200 mL 滤液至旋转蒸发瓶中,于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴减压蒸发至近干。

6.4.4.2 复溶:量取 20 mL 水加入旋转蒸发瓶中,溶解残留物形成复溶液。

6.4.4.3 脱盐:取 15 mL 带盖聚丙烯管,预先装填阴离子交换树脂(OH^-)和氢离子交换树脂(H^+)各 2 g;取 5 mL 复溶液加至聚丙烯管中,旋紧盖子反复颠倒混合 5 min 以上进行脱盐,静置沉淀 10 min,将上清液转移至 15 mL 带盖聚丙烯管中;向沉淀物中加入 5 mL 水,旋紧盖子反复颠倒混匀,静置 5 min 以上,合并上清液,混合后经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤,上机待测。

6.4.4.4 色谱参考条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:高效水相体积排阻(SEC)凝胶色谱柱,以亲水性球形多孔聚甲基丙烯酸酯型高聚物作为填料,孔径小于 20 nm,柱长 300 mm,内径 7.8 mm,粒径 $7\text{ }\mu\text{m}$,或等效柱,两根凝胶色谱柱串联;
- b) 保护柱:高效水相体积排阻(SEC)凝胶保护柱,填料与色谱柱相同,柱长 40 mm,内径 6.0 mm,粒径 $12\text{ }\mu\text{m}$;
- c) 流动相:水(一级水);
- d) 柱温: $80\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测器温度: $50\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样量: $20\text{ }\mu\text{L}$;
- g) 流速: 0.5 mL/min ;
- h) 洗脱时间: 60 min 。

6.4.4.5 SDFS 保留时间的确定:取定性标准溶液上机测定,至少平行测定 2 次。根据蔗果三糖和 D-麦芽糖保留时间和基线分离效果,确定碳水化合物聚合度 ≥ 3 与聚合度 < 3 的分界值、待测组分保留时间区间。色谱图可参考附录 B。

6.4.4.6 D-葡萄糖响应因子(Rf)的确定:取 D-葡萄糖/二甘醇标准系列工作液上机测定。以标准系列工作液中 D-葡萄糖质量与二甘醇质量比值为横坐标,以 D-葡萄糖峰面积与内标二甘醇峰面积比值为纵坐标,绘制过(0,0)点标准曲线,曲线斜率即为响应因子(Rf)。

6.4.4.7 SDFS 测定:取脱盐后试样液上机测定,根据聚合度 ≥ 3 聚合物峰面积(PASDFS)和二甘醇峰面积(PA_{IS})计算 SDFS 含量。

6.5 不溶性膳食纤维(IDF)的测定

6.5.1 按 6.2 称样,按 6.3 酶解。

6.5.2 抽滤:取已处理的坩埚,用 3 mL 水润湿硅藻土并展平,抽去水分使坩埚中的硅藻土平铺于滤板上。将试样酶解液全部转移至坩埚中抽滤,残渣用 10 mL 70 °C 热水洗涤 2 次,用于 IDF 的测定。

6.5.3 残渣测定:按 6.4.3 操作。

6.6 可溶性膳食纤维(SDF)的测定

6.6.1 按 6.2 称样,按 6.3 酶解。

6.6.2 按 6.5.2 抽滤。

6.6.3 收集滤液:收集滤液至另一已预先称量的 600 mL 高脚烧杯中,称量“烧杯+滤液”的总质量,扣除烧杯质量,估算滤液体积。

6.6.4 沉淀:按乙醇与滤液体积 4:1 的比例加入预热至 60 °C ± 1 °C 的 95% 乙醇,盖上铝箔,室温下沉淀 1 h 以上。

6.6.5 再抽滤:按 6.4.2 操作。滤液用于 SDFS 的测定,残渣用于 SDFP 的测定。

6.6.6 测定:残渣按 6.4.3 测定 SDFP;滤液按 6.4.4 测定 SDFS。SDFP 与 SDFS 之和为可溶性膳食纤维。

注:未添加膳食纤维组分的试样,可溶性膳食纤维中可不包含 SDFS 部分。

6.7 分析结果的表述

6.7.1 试样制备中质量变化因子按式(1)计算。

$$f = \frac{m_C}{m_D} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f ——试样制备过程中质量变化因子;

m_C ——试样制备前试样质量,单位为克(g);

m_D ——试样制备后试样质量,单位为克(g)。

注:如果试样没有经过脱水、脱脂、脱糖等处理, $f=1$ 。

6.7.2 坩埚中残渣质量按式(2)计算。

$$m_R = m_{GR} - m_G \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_R ——坩埚中残渣质量,单位为克(g);

m_{GR} ——坩埚及残渣质量,单位为克(g);

m_G ——坩埚质量,单位为克(g)。

6.7.3 试剂空白质量按式(3)计算。

$$m_B = \frac{m_{BR1} + m_{BR2}}{2} - m_{BP} - m_{BA} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_B ——试剂空白质量,单位为克(g);

m_{BR1}, m_{BR2} ——2 份试剂空白残渣质量,单位为克(g);

m_{BP} ——试剂空白残渣中蛋白质质量,单位为克(g);

m_{BA} ——试剂空白残渣中灰分质量,单位为克(g)。

6.7.4 根据残渣测定获得的 IDF、SDFP 和不含 SDFS 的 TDF 含量按式(4)计算。

$$X_{DF} = \frac{\frac{m_{R1} + m_{R2}}{2} - m_P - m_A - m_B}{\frac{m_1 + m_2}{2} \times f} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X_{DF} ——试样中膳食纤维的含量,单位为克每百克(g/100 g);

m_{R1} 、 m_{R2} ——2份试样残渣质量,单位为克(g);

m_P ——试样残渣中蛋白质质量,单位为克(g);

m_A ——试样残渣中灰分质量,单位为克(g);

m_B ——试剂空白质量,单位为克(g);

m_1 、 m_2 ——2份试样称量质量,单位为克(g);

f ——试样制备过程中质量变化因子;

100 ——换算为克每百克的系数。

6.7.5 SDFS 的含量按式(5)计算。

$$X_{SDFS} = \frac{PA_{SDFS} \times m_{IS}}{PA_{IS} \times \frac{m_1 + m_2}{2} \times Rf \times f} \times \frac{100}{1\ 000} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_{SDFS} ——试样中 SDFS 含量,单位为克每百克(g/100 g);

PA_{SDFS} ——试样上机液中待测物质峰面积;

PA_{IS} ——试样上机液中内标物峰面积;

m_{IS} ——试样酶解液中加入内标物质量,单位为毫克(mg);

m_1 、 m_2 ——2份试样称量质量,单位为克(g);

Rf ——标准物质与内标物质响应因子;

f ——试样制备过程中质量变化因子;

100 ——换算系数;

1 000 ——换算系数。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留至小数点后 2 位。

6.7.6 检测结果的表达及换算关系

未添加膳食纤维组分的食品,如植物性食品及其制品,TDF 和 SDF 的检测结果中可不包括 SDFS 部分,TDF 表示为 TDF(酶重量法),结果相当于 $TDF = IDF + SDFP$;SDF 表示为 SDF(酶重量法),结果相当于 SDFP。

TDF(酶重量法)、IDF 和 SDF(酶重量法)可分别独立检测,也可根据换算公式进行相加或相减。

$$TDF(\text{酶重量法}) = IDF + SDF(\text{酶重量法})$$

添加了可溶性膳食纤维组分的食品应测定 SDFS,TDF 和 SDF 测定结果分别表示为 TDF(酶重量-液相色谱法)和 SDF(酶重量-液相色谱法)。

$$TDF(\text{酶重量-液相色谱法}) = TDF(\text{酶重量法}) + SDFS$$

6.8 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

附录 A

酶活性单位定义及酶活性判定标准

A.1 酶活性单位定义

A.1.1 胰 α -淀粉酶活性

指以对硝基苯基麦芽糖为底物测试的淀粉酶活性。1 酶活性单位(U)为:20 °C ,pH=6.9 时,每 3 min 内从淀粉中释放出 1.0 mg 麦芽糖需要的酶量。

A.1.2 热稳定 α -淀粉酶活性

指以对硝基苯基麦芽糖为底物测试的淀粉酶活性。1 酶活性单位(U)为:20 °C ,pH=6.9 时,每 3 min 内从淀粉中释放出 1.0 mg 麦芽糖需要的酶量。

A.1.3 蛋白酶活性

指以酪蛋白为底物测试的蛋白酶活性。1 酶活性单位(U)为:37 °C ,pH 7.5 时,每 1 min 从酪蛋白中水解得到一定量的酪氨酸(相当于 1.0 μ mol 酪氨酸在显色反应中所引起的颜色变化,显色用 Folin-Ciocalteu 试剂)时所需要的酶量。

A.1.4 淀粉葡萄糖苷酶

指以淀粉/葡萄糖氧化酶-过氧化物酶法测试的淀粉葡萄糖苷酶活性。1 个酶活性单位(U)为:55 °C , pH=4.5 时,每 3 min 从淀粉中释放 1 mg 葡萄糖所需要的酶量。

A.2 酶活性判定标准

对于不同来源或不同生产批次的酶试剂,或超过 6 个月未使用的酶试剂,可按表 A.1 所列进行酶活性测定,以帮助校准酶用量,使之达到酶解的预期效果,并排除来自其他酶的干扰。

准确称取相应质量的标准底物,按照 6.3 用量分别加入相应的酶溶液进行酶解,酶解一定时间后测定底物标准含量。回收率=(酶解后底物标准的质量/酶解前底物标准的质量) \times 100%,回收率满足预期回收率即可正常使用。

表 A.1 酶活性测定标准

底物标准	底物标准质量 g	测试活性酶的种类	预期回收率 %
柑橘果胶	0.1~0.2	果胶酶	95~100
阿拉伯半乳聚糖	0.1~0.2	半纤维素酶	95~100
β -葡聚糖	0.1~0.2	β -葡聚糖酶	95~100
小麦淀粉	1.0	α -淀粉酶+淀粉葡萄糖苷酶	0~1
玉米淀粉	1.0	α -淀粉酶+淀粉葡萄糖苷酶	0~1
酪蛋白	0.3	蛋白酶	0~1

附 录 B
膳食纤维色谱图

B.1 确定 SDFS 与双糖分离界限的色谱示意图见图 B.1。

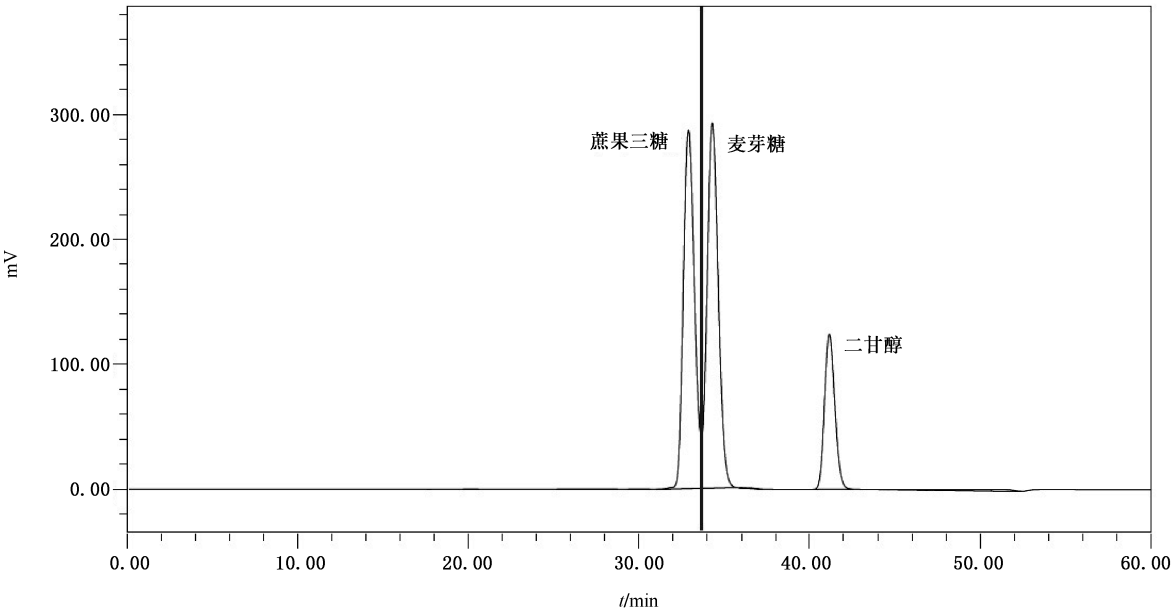


图 B.1 确定 SDFS 与双糖分离界限的色谱示意图

B.2 待测物质色谱峰保留时间区间示意图见图 B.2。

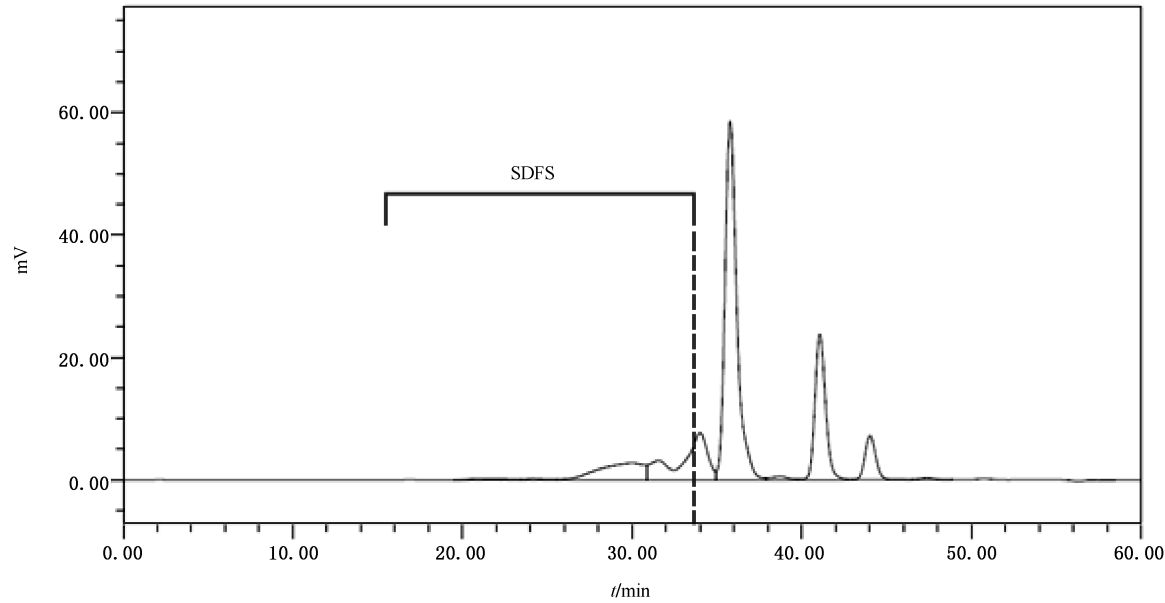


图 B.2 待测物质色谱峰保留时间区间示意图