

膳食纤维测定仪测定小麦麸皮中的膳食纤维含量

一、前言

小麦麸皮作为谷物加工的重要副产品，富含膳食纤维（包括可溶性与不可溶性纤维），是功能性食品、健康代餐及动物饲料的关键原料。精准测定其膳食纤维含量，对产品开发、质量控制和市场竞争力的构建具有多重意义。本方案依据《GB 5009.88-2023 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》对小麦麸皮中的膳食纤维含量进行了测定，测试指标包括可溶性膳食纤维、不可溶性膳食纤维和总膳食纤维含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

DF06 膳食纤维测定仪、凯氏定氮仪、马弗炉、高温烘箱、分析天平等。

2.2、试剂

热稳定 α -淀粉酶、淀粉葡萄糖苷酶、蛋白酶、乙酸、顺丁烯二酸、乙醇、氢氧化钠、硫酸铜、硫酸钾、浓硫酸等。

2.3、样品

小麦麸皮（1#、2#、3#）。

三、实验方案

3.1、仪器准备

a、将滤膜编号，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。

b、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；1.4mL 的 25mg/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。

c、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、准确称取样品 0.5g（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、设定酶解程序如下：

热稳定 α -淀粉酶反应时间/min	40	H ₂ O（洗涤）/mL	10
淀粉葡萄糖苷酶反应时间/min	30	抽滤时间/min	5
蛋白酶反应时间/min	30	95%乙醇沉淀用量/mL	330
乙酸加液量/mL	2.0	沉淀时间/min	60
不可溶抽滤方式	中	不可溶抽滤时间/min	5
可溶抽滤方式	低	可溶抽滤时间/min	20

3.4、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）。

3.5、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。

3.6、仪器自动进行抽滤，得到滤液与 IDF 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 $^{\circ}$ C烘箱中烘干至恒重（至少需 4 小时）并称重为 M_{GR_0} 。

3.7、将过滤漏斗的外斗装回仪器对应位置，点击下一步，仪器自动加入 95%乙醇进行沉淀。

3.8、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，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} 。

3.9、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℃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 。

3.10、计算

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 IDF、SDF 的含量均按下公式计算，书写相同的参数应对应好相应的测试指标：

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

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

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; 本报告的损失因子为 1。

M_C : 试样预处理前质量, g;

M_D : 试样预处理后质量, g;

四、实验结果

4.1、经分析测试, 3 类小麦麸皮样品中的不可溶性膳食纤维含量结果如表一:

表一 样品中不可溶性膳食纤维的含量

样品	序号	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	IDF/ (g/100g)	均值/ (g/100g)	精密度 /%
空白	1	0	0.0044	0.0023	--	/	/	/
	2	0	0.0029	--	0.0008			
	3	0	0.0047	0.0010		/		
	4	0	0.0032	--	0.0014			
1#	1	0.5030	0.2462	0.0305	--	40.27	40.43	0.76
	2	0.5042	0.2391	--	0.0088			
	3	0.4497	0.2205	0.0283		40.58		
	4	0.4497	0.2261		0.0109			
2#	1	0.5044	0.1298	0.0142	--	22.41	22.64	2.02
	2	0.5046	0.1272	--	0.0006			
	3	0.5035	0.1327	0.0135	0.0000	22.87		
	4	0.5038	0.1298	--	0.0026			
3#	1	0.5031	0.1584	0.0142		28.86	28.48	2.66
	2	0.5036	0.1627	--	0.0005			
	3	0.5028	0.1576	0.0140		28.10		
	4	0.5031	0.1614	--	0.0042			

4.2、经分析测试, 3 类小麦麸皮样品中的可溶性膳食纤维含量结果如表二:

表二 样品中可溶性膳食纤维的含量

样品	序号	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白/g	残渣灰分/g	SDF/ (g/100g)	均值/ (g/100g)	精密度 /%
空白	1	0	0.0064	0.0022	--	/	/	/
	2	0	0.0160	--	0.0027			
	3	0	0.0032	0.0012	0.0000	/		
	4	0	0.0063	--	0.0017			
1#	1	0.5030	0.0487	0.0088	0.0000	3.87	4.05	9.03
	2	0.5042	0.0569	--	0.0182			
	3	0.4497	0.0505	0.0074	0.0000	4.23		
	4	0.4497	0.0425	--	0.0135			
2#	1	0.5044	0.0251	--	0.0130	2.69	2.91	14.97
	2	0.5046	0.0272	0.0060	0.0000			
	3	0.5035	0.0477	0.0074	0.0000	3.13		
	4	0.5038	0.0444	--	0.0163			
3#	1	0.5031	0.0591	0.0080	0.0000	4.66	4.97	12.78
	2	0.5036	0.0545	--	0.0190			
	3	0.5028	0.0564	0.0089	0.0000	5.29		
	4	0.5031	0.0561		0.0207			

注：由于3中样品颗粒均匀程度不同，进而造成测试结果平行性的差异。

4.3、经分析测试，3类小麦麸皮样品中的总膳食纤维含量结果如表三：

表三 样品中的 TDF 含量测定结果

样品	IDF/ (g/100g)	SDF/ (g/100g)	TDF/ (g/100g)	TDF 均值/ (g/100g)	精密度/%
1#	40.27	3.87	44.14	44.48	1.51
	40.58	4.23	44.81		
2#	22.41	2.69	25.10	25.55	3.52
	22.87	3.13	26.00		
3#	28.86	4.66	33.52	33.46	0.39
	28.10	5.29	33.39		

五、结论

实验表明，膳食纤维测定仪可用于小麦麸皮样品中膳食纤维含量的测定，测试结果精密度均符合

《GB 5009.88-2023 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》的技术要求。

六、参考标准

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