

膳食纤维测定仪测定两种奶粉中的总膳食纤维 TDF 的含量

(不可溶性膳食纤维 ISDF+可沉降的可溶性膳食纤维 SDFP, 不包括不可沉降性膳食纤维 SDFS)

一、前言

膳食纤维是指不能被人体小肠消化吸收, 但可被大肠部分或完全发酵的碳水化合物及木质素。它在调节肠道功能、促进肠道蠕动、维持肠道菌群平衡以及降低胆固醇和血糖水平等方面发挥着重要作用。随着人们健康意识的增强, 膳食纤维的营养价值越来越受到重视。奶粉作为重要的营养补充品, 尤其是在婴幼儿、老年人和特定人群的膳食中占据重要地位, 其膳食纤维含量的合理性直接关系到其营养均衡性和功能性。

测定奶粉中的膳食纤维含量, 不仅有助于评估其营养价值, 还可以为配方优化、产品研发及标签标识提供科学依据。对于婴幼儿配方奶粉而言, 膳食纤维含量需控制在合理范围, 以避免引起消化不良或腹泻; 而对于成人奶粉产品, 则可通过添加特定类型的膳食纤维, 增强其调节肠道健康的功能。因此, 准确测定奶粉中的膳食纤维含量具有重要的营养学意义和产业应用价值。

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两种奶粉样品中的 TDF (ISDF+SDFP) 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、称取 0.35g 胰 α -淀粉酶、移取 350 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 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 700 μ L 的 50mg/mL 蛋白酶溶液，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、78%乙醇、纯水（三级，下同）、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 1g（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、TDF 的测定

3.3.1、设定酶解程序如下：

胰 α -淀粉酶/淀粉葡萄糖苷酶混合酶反应时间/h	16	95%乙醇沉淀用量/mL	260
Tris 溶液添加量/mL	7	沉淀时间/min	60
蛋白酶反应时间/min	45	78%乙醇洗涤用量/mL	15
乙酸加液量/mL	5	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-GB5009.88-2023 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，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、仪器自动进行混合酶酶解、Tris 溶液添加。然后根据弹窗提示测定（或需添加 Tris 溶液或乙酸溶液调整）空白、样品的 pH 值为 8.2 ± 0.2 ，然后点击下一步，仪器自动进行糖化终止和蛋白酶的添加、酶解。

3.3.4、蛋白酶酶解完成后，仪器自动按照方法添加乙酸溶液，然后根据弹窗提示测定（或需添加乙酸溶

液或 1mol/L 氢氧化钠溶液) 空白、样品的 pH 值为 4.3 ± 0.2 , 然后点击下一步, 仪器自动进行 95% 乙醇添加、计时沉淀。沉淀之前, 确保抽滤装置全部组装完成, 然后放到仪器对应位置处 (先不要与抽滤接口连接)。

3.3.5、沉淀计时结束后, 仪器自动开始抽滤。抽滤的前 5 分钟, 抽滤装置不连接抽滤接口, 使滤液自然流动过滤; 后 5 分钟, 将抽滤装置连接到抽滤接口。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_{11} 。

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_2 ; 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_3 。

3.5、TDF 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；

$\overline{M_{BR}}$ ：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。

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：

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

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

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；

M_C ：试样预处理前质量，g；

M_D ：试样预处理后质量，g。

四、结果与讨论

经过分析检测，2种奶粉样品中的 TDF 含量如下表：

样品	称样量 /g	残渣/g	残渣蛋白 /g	残渣灰分/%	TDF/%	均值/%	精密度/%
奶粉 15	1.0049	0.1343	0.0395	0.0485	4.33	4.22	5.37
	1.0079	0.1387					
	1.0010	0.1404	0.0443	0.0465	4.10		
	1.0009	0.1331					
	0.0000	0.0122	0.0050	0.0026	1.23		
	0.0000	0.0127					
奶粉 16	1.0079	0.0671	0.0204	0.0230	1.17	1.20	5.10
	1.0052	0.0660					
	1.0057	0.0700	0.0205	0.0288	1.23		
	1.0070	0.0735					
	0.0000	0.0148	0.0048	0.0013	1.17		
	0.0000	0.0189					

奶粉 15 和 16 的测得值分别为 4.22%和 1.20%，精密度分别为 5.37%、5.10%，均符合参考标准中精密度不超过 20%的要求。

五、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]