膳食纤维测定仪定测定大豆乳脂中的膳食纤维含量

一、前言

大豆乳脂是大豆经粉碎、糊化后制成的一种食品原料，在保留大豆中营养成分的同时具有更好的吸收性，可作为素肉等食品的原料或添加成分。本方案依照国标《GB 5009.88 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大豆乳脂进行测定。

二、仪器

DF06 膳食纤维测定仪， K1100 全自动凯氏定氮仪，马弗炉，分析天平等

三、实验过程

3.1、样品预处理

3.1.1、将一份（一罐、一瓶等）或至少 50g 样品完整的转移至一个或数个表面皿中，记录表面皿的空重和加入样品后的总重，总重减去空重后可得到脱水前的样品质量。

3.1.2、将盛有样品的表面皿放入真空烘箱中，设置真空度为-0.06MPa、温度为 70℃，至少烘干 16h 至恒重。

3.1.3、将恒重后的样品放入干燥箱冷却 30 分钟，然后称重，减去表面皿空重得到脱水后的质量。

3.1.4、将脱水后的样品用样品勺充分转移至粉碎机中进行初步粉碎。

3.1.5、将粉碎后的样品充分收集并称重，得到脱脂前的质量。

3.1.6、将样品转移至滤纸筒中，采用手工法或仪器法进行索氏抽提脱脂，仪器法建议参数为：抽提温度 65℃、沸程 30℃~60℃石油醚添加量 100ml、抽提时间 270 分钟，并记录抽提出的脂肪质量，用脱脂前的样品质量减去抽提出的脂肪质量，得到脱脂后的样品质量。

3.2、仪器准备

3.2.1、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。

3.2.2、移取 350μl 的热稳定淀粉酶溶液，溶于盛有 50mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中；移取 3.5mL 的 10mg/mL 蛋白酶溶液，溶于盛有 47mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中；移取 700μl 的葡萄糖苷酶溶液，溶解于盛有 50mL 的 MES-TRIS 缓冲液的酶瓶中，然后将酶瓶安装至仪器相应位置处。

3.2.3、将酶解袋装于仪器相应位置处。

3.3、总膳食纤维测定

准确称取经处理的样品 1.0g（精确至 0.1mg）左右，记为 M，并转移置酶解袋中。设定酶解程序如下：

酶解	时间	温度
淀粉酶酶解	40min	95℃
蛋白酶酶解	90min	60℃
葡萄糖苷酶酶解	30min	60℃

在葡萄糖苷酶酶解开始前，用 3mol/L 的醋酸溶液调节酶解液 PH（60℃下）至 4.5±0.2（或可先添加 5mL 的 3mol/L 醋酸溶液后使用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节至该 PH 值）。设置沉淀及洗涤参数如下：

78%酒精沉淀添加量	260mL
沉淀时间	60min
抽滤时间	3600s
78%酒精冲洗用量	15mL
95%酒精冲洗用量	15mL

抽滤完成后，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR}。

3.4、不可溶性膳食纤维及可溶性膳食纤维测定

样品预处理、称样量及酶解的参数与与总膳食纤维测定方法相同，酶解结束后的洗涤参数设置如下：

抽滤时间	360s
洗涤热水用量	15mL

抽滤完成后，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR}。将洗涤后的滤液收集在布氏漏斗下方的锥形瓶中，设置沉淀及洗涤参数如下：

78%酒精沉淀添加量	396mL
沉淀时间	60min
抽滤时间	3600s
78%酒精冲洗用量	15mL
95%酒精冲洗用量	15mL

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，将附有残渣的滤纸取出，放置于 105℃烘箱中烘干至恒重并称重为 M_{GR}。

3.5、计算

每两份残渣按照国标 GB 5009.5，一份计算蛋白质质量 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_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_D：试样脱糖脱脂后质量(g)

四、结果、讨论与注意事项

4.1、实验结果

实验选取的大豆乳脂样品经酶解、抽滤、烘干恒重、测定蛋白和灰分后，得到实验结果如下表所示：

不可溶性膳食纤维（IDF）含量如下表：

样品	损失因子	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白质/g	残渣灰分/g	IDF 含量/%	均值/%
大豆乳脂	4.62	1.0041	0.3539	0.0335		6.354	6.386
		1.0597	0.3611		0.0211		
		1.0423	0.3529	0.0296		6.419	
		1.0548	0.3719		0.0219		
		0.0000	0.0025	0.0017			

		0.0000	0.0022		0.0008		

可溶性膳食纤维（SDF）含量如下表：

样品	损失因子	称样量/g	残渣/g	残渣蛋白质/g	残渣灰分/g	SDF 含量/%	均值/%
大豆乳脂	4.62	1.0041	0.1653	0.0269		2.694	2.680
		1.0597	0.1725		0.0094		
		1.0423	0.1669	0.0263		2.667	
		1.0548	0.1697		0.0087		
		0.0000	0.0069	0.0034			
		0.0000	0.0101		0.0010		

总性膳食纤维（TDF）含量如下表：

样品	不可溶性膳食纤维/%	可溶性膳食纤维/%	总膳食纤维/%
大豆乳脂	6.386	2.680	9.066

其中，TDF=IDF+SDF。

4.2、注意事项

4.3.1、烘干时，应使大豆乳脂尽量平铺在表面皿上，使其厚度尽量小，以加快烘干速率。烘干结束后，应首先冷却后称重，再转移样品。

4.3.2、烘干后，需粉碎样品，以保证脱脂的充分性。

参考文献

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