

综 述

# 食物纤维分析方法进展

阎蔚 楼星球

(食品科学与工程系)

## 0 前 言

食物纤维(Dietary Fiber,简称 DF)对人体具有重要的生理保健作用,已被营养学界公认。目前 DF 作为一种功能性食品基料已广泛地应用于食品工业,各种含高 DF 的食品应运而生,并形成了一定的市场规模。为了适应选择与研究 DF,迫切需要有合适的分析方法,而目前沿用的经典的粗纤维(Crude fiber)分析方法,样品经酸、碱处理后,原有的组分发生不同程度的降解,使 80%的半纤维素、50%~90%的木质素损失,而纤维素的回收率也只有 60%~80%<sup>[1]</sup>,无法对食品中 DF 的含量作出正确的评价。

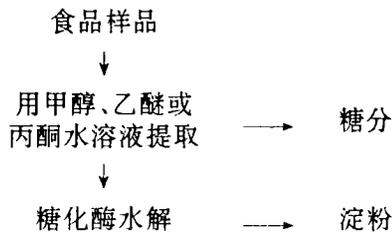
国外学者从 60 年代开始致力于研究新的分析方法,特别是近 10 多年来发展很快,有的国家已将 DF 列为营养成分的正式指标之一,而我国目前的《食物成分表》只列有粗纤维的含量,已不能满足当代营养学的要求,应尽快改变这一局面。

本文介绍国内、外主要采用的几种 DF 分析方法。

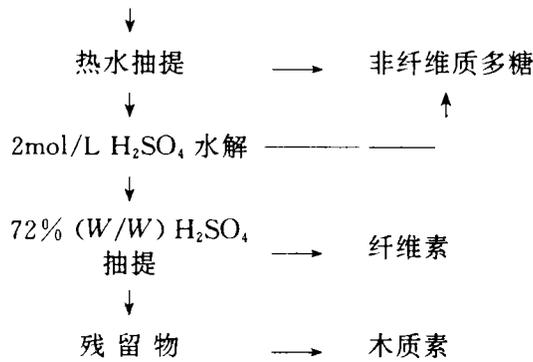
## 1 无效碳水化合物分别定量法

这是一种根据样品中纤维素、半纤维素、果胶等无效碳水化合物(Unavailable Carbohydrate)包括木质素的特性加以分离,然后分别测出它们的含量的方法。

分离的方法很多,以下是 Southgate 的分离方法<sup>[2]</sup>:



收稿日期:1993-10-19



Siegel 和贝沼也分别提出了植物细胞壁的分离和大豆中无效碳水化合物的分离方案<sup>[3]</sup>。近年来为配合色谱技术的利用,出现了更为复杂、精细的分离方法<sup>[2]</sup>。

这种分析方法测定值精密度高,可作为科研和对 DF 进行结构鉴定之用,但操作繁琐、费时,不适合生产采用。

## 2 酸性、中性洗涤纤维法

酸性、中性洗涤纤维法(acid or neutral detergent fiber methods,简称 ADF 法和 NDF 法)由 Van Soest 和 Goering 等人提出,并首先应用于饲料中 DF 的分析<sup>[4]</sup>。其基本原理是:用酸性洗涤剂或中性洗涤剂将样品中的非 DF 成分消化掉,然后测定残留物中有机物的重量即为 ADF 或 NDF 之值。

### 2.1 ADF 法基本步骤<sup>[4]</sup>

样品→加入冷酸性洗涤剂→加入 2ml 萘烷消泡剂→在 5~10min 内加热至沸,并保持微沸 1h→过滤→残留物用热水、丙酮洗涤→100℃干燥至恒重。

计算公式为

$$\text{酸性洗涤纤维(ADF)(\%)} = \frac{F}{W} \times 100$$

式中  $F$  为残留物重量; $W$  为样品重量。

### 2.2 NDF 法基本步骤<sup>[2]</sup>

样品→在中性洗涤剂中微沸 60min→过滤→残留物用热水、丙酮洗涤→干燥至恒重→550℃灰化→冷却称重

计算公式为

$$\text{中性洗涤纤维(NDF)(\%)} = \frac{F - S}{W} \times 100$$

式中  $F$  为残留物重量; $S$  为灰分重量; $W$  为样品重量。

### 2.3 酸性洗涤剂和中性洗涤剂的配制<sup>[1]</sup>

酸性洗涤剂 取 20g 十六烷基三甲基溴化铵,加热溶于 0.5mol/L 硫酸溶液并稀释至 2000ml。

中性洗涤剂 十二烷基硫酸钠(30g)、乙二胺四乙酸二钠盐(18.61g)、四硼酸钠(6.81g)、磷酸氢二钠(4.56g)、甘油单醚(10ml)加水溶解至 1000ml,用碳酸钠或盐酸调节

pH 至 6.9~7.1.

NDF 法能较好地回收纤维素、半纤维素、木质素,但水溶性多糖损失较多。ADF 法测定值包括样品中全部纤维素、木质素,但半纤维素回收不佳<sup>[1]</sup>。半纤维素含量可由 NDF 与 ADF 的差值求得。

1976 年 Norris 等人介绍了瑞典 Tecator 公司出产的纤维组分析仪(Fibertee System),该仪器包括过滤器冷抽提器、热抽提器等,方便了 ADF 和 NDF 的测定。

### 3 酶-NDF 法

由于不少食品(食物)中淀粉含量远远高于纤维类物质,而少量的淀粉残留就会给测定带来较大的误差,因此 Robertson, Van Saest 等人对 NDF 法进行了改良<sup>[5]</sup>,即采用  $\alpha$ -淀粉酶将用常规 NDF 法所不能除去的淀粉水解掉,然后再进行测定。美国谷物化学家协会下属食品纤维协会推荐把酶-NDF 法作为谷物制品的 DF 测定法<sup>[6]</sup>。

### 4 酶-重量法

酶-重量法(enzymatic-gravimetric method)是较新的一种分析方法。该法的基本原理是:用淀粉酶和蛋白酶分段水解样品,用乙醇、丙酮进行洗涤沉淀,除去非 DF 成分,最后以重量法测定有机物残渣的重量。此法在酶水解过程中对 DF 中的各组分损失很少,能较准确地反映 DF 的含量,操作也不复杂,并且既可测定食品(食物)中总食物纤维含量(TDF),又可分别测定水溶性食物纤维(SDF)和水不溶性食物纤维(IDF),因此在 80 年代后有大量的研究报告<sup>[7~10]</sup>。AOAC 也采用了这种方法<sup>[11]</sup>。

测定 TDF 的方法与条件如下<sup>[10]</sup>:

- 1) 称取两份干燥后的样品(如脂肪含量>6%时用乙醚脱脂)。
- 2) 用耐热  $\alpha$ -淀粉酶水解淀粉(pH6, 100℃, 15min)。
- 3) 用胃蛋白酶水解蛋白质(pH1.5, 40℃, 60min)。
- 4) 胰酶水解(pH6.4, 40℃, 60min)。
- 5) 加入 4 倍于水解液的 95%乙醇。
- 6) 过滤。
- 7) 残留物分别用 78%、95%的乙醇和丙酮各洗涤两遍。
- 8) 干燥至恒重(105℃)。
- 9) 一份干燥残留物用 Kjeldahl 法测氮,用 6.25 转换成蛋白质含量(非消化性蛋白质)。另一份在 550℃时灰化 5h,冷却称重。

计算公式为

$$\text{总食物纤维(TDF)}(\%) = \frac{[F - (P + S) - B]}{W} \times 100$$

式中  $F$  为残留物重量; $W$  为样品重量; $P$  为非消化性蛋白质重量; $S$  为灰分重量; $B$  为空白值。

如要分别测定 SDF 和 IDF,可在第 4 步结束后,先进行过滤、分离,残留物按 7)~9)处理,即得 IDF。滤液用 4 倍体积的 95%乙醇沉淀可溶性多糖,然后按 6)~9)处理,即得

SDF.

同是酶-重量法,但各研究者所采用的酶系统略有不同,大致可分为生理学的酶系统(Physiological enzyme system)和微生物的酶系统(microbial enzyme system)<sup>[10]</sup>前者为 $\alpha$ -淀粉酶与胃蛋白酶、胰酶相配合,后者为 $\alpha$ -淀粉酶与细菌产生的蛋白酶、葡萄糖淀粉酶相配合。两者在分析步骤和条件上略有不同:即在上述2)处理后,加蛋白酶(pH8.5, 60℃, 60min),然后用葡萄糖淀粉酶处理(pH4.5, 60℃, 30min)后面按5)~9)处理。计算公式同前。

Asp 等人对两套酶系统分析结果进行了比较,发现两者的测定值非常接近<sup>[10]</sup>,见表1.

表1 两种酶系统的分析结果

材料	生理学的酶系统 (TDF)	微生物的酶系统 (TDF)
小麦麸	49.2	48.9
黑麦粉 A	17.5	19.0
黑麦粉 B	18.1	18.5
黑麦饼干 A	16.3	16.4
黑麦饼干 B	18.3	17.7
土豆粉	7.6	7.1
苹果粕	16.1	14.5

由表1可见,用微生物酶系统代替生理学的酶系统能取得令人满意的结果,而且酶来源广、价廉、易于保存。

笔者曾采用 $\alpha$ -耐热淀粉酶、2907蛋白酶、葡萄糖淀粉酶(均为无锡酶制剂厂生产)对甜菜粕中的TDF进行了测定<sup>[12]</sup>,6次测定平均值为59.95%(对干粕),标准差1.20,变异系数(CV值)2.00%,表明该法有较好的重复性。

## 5 测定方法的比较

用不同的分析方法测定的DF含量不尽一致,Asp 等人对几种测定方法进行了比较,见表2<sup>[10]</sup>.

表2 几种测定方法的结果

样品	Goering-Van Soest		Robertson Van Soest	Furda			Hellend- oorn	South gate
	NDF	ADF	酶-NDF	IDF	SDF	TDF	TDF	TDF
小麦麸 (AACC)	39.2±0.23	10.7±0.04	33.9±0.24	27.0±0.36	13.1±0.14	40.1±0.22	42.2±0.02	44.0
全麦面包	11.9±0.28	2.1±0.08	5.0±0.02	10.5±0.26	4.1±0.14	14.6±0.40	10.9±0.08	8.5
预处理小 麦麸谷子	11.0±0.04	5.4±0.09	9.4±0.14	10.5±0.54	4.7±0.06	15.0±0.61	14.9±0.28	—
玉米麸	72.1±0.12	15.4±0.10	60.8±0.16	52.8±0.08	3.2±0.10	56.0±0.18	68.4±1.08	—
大米	6.9±0.08	0.5±0.01	0.6±0.06	1.4±0.10	2.9±0.14	4.3±0.04	7.3±0.21	4.5
苹果 (带皮)	1.2±0.01	1.0±0.03	1.1±0.06	1.3±0.02	0.6±0.02	1.9±0.01	1.4±0.01	1.8
桔子 (去皮)	0.7±0.04	0.7±0.01	0.6±0.04	0.9±0.00	1.2±0.08	2.0±0.08	1.2±0.04	2.5
胡萝卜	1.2±0.02	1.2±0.04	1.0±0.02	1.6±0.01	1.2±0.01	2.9±0.01	2.8±0.04	3.7
大豆多糖	30.7±0.42	15.3±0.03	25.3±0.08	30.3±0.42	29.7±0.19	60.0±0.62	52.6±1.36	—

续表 2

样品	Goering-Van Soest		Robertson-Van Soest	Furda			Hellendoorn	Southgate
	NDF	ADF	酶-NDF	IDF	SDF	TDF	TDF	TDF
柑桔果胶	1.0±0.10	0.6±0.11	none	1.6±0.05	86.6±0.60	88.1±0.65	(u)	—
Locust 豆胶	(u)	1.0±0.05	(u)	4.6±0.13	77.3±0.68	82.0±0.54	(u)	—

注:(u) 不可过滤(unfilterable)

从表 2 可得出以下结论:

1) 对于谷物类食品(食物),NDF 值较 ADF 值高,说明 ADF 法损失了较多的半纤维素,而对于果蔬样品,两者相差不大。

2) NDF 值较酶-NDF 值高,说明淀粉存在使测定值偏高,特别对淀粉含量高的谷物样品,对果蔬样品影响不大。

3) 酶 NDF 法测定值低于酶-重量法的 TDF,而与酶-重量法的 IDF 值比较一致。这说明酶-NDF 法反映了样品中不可溶膳食纤维的量;而损失了可溶性膳食纤维的量,该法用于测定果蔬类样品误差较大。

4) Furda 和 Hellendoorn 的酶-重量法测得的 TDF 与 Southgate 法比较一致,证明了酶-重量法测 TDF 较为准确。

由于 DF 的组成和含量取决于食品(食物)的来源和加工方法,并且在分析中还未找到合适的基准物作为定量的参照,因此迄今对 DF 的分析尚无统一、完善的分析方法。不过大多数研究者倾向于 NDF 法(包括酶-NDF 法)和酶-重量法。英国糖业公司的研究者认为,要严格测定 DF 的含量是困难的,提出应该允许有 5%左右的误差<sup>[13]</sup>。

参 考 文 献

- 1 叶世柏. 食品理化检验方法指南. 北京大学出版社,1991
- 2 David A T, Southgate et al. J Sci Fd Agric, 1978, 29: 979~988
- 3 郑州粮食学院译. 食品分析方法. 四川科学技术出版社, 1985
- 4 Van Soest P J. J A O A C, 1963, 46(5): 829~835
- 5 Marg M, Heckman et al. J A O A C, 1981, 64(6): 1339~1343
- 6 Food Fiber Committee, American Association of Cereal Chemists, Cereal Foods World, 1977, 22(18)
- 7 Hellendoorn E N. J Sci Food Agric. 26: 1461~1468
- 8 Prosky L. J A O A C, 67: 1044~52
- 9 Furda I. AOAC Annual Meeting Washington DC
- 10 Asp, Johansson et al. J Agric Food Chem, 1983, 31: 476~482
- 11 Ma D, Rodriguez et al. Food Chemistry, 1992, 43: 295~298
- 12 阎蔚, 楼星球, 何如. 甜菜粕食物纤维分析方法研究:[毕业论文]. 无锡轻工业学院, 1993
- 13 韩颖译. Food Manufacture, 1988, 63(4): 81~84
- 14 食品与发酵工业, 1991