ICS 67.060
B 20

中华人民共和国国家标准

GB/T 9822—2008
代替 GB/T 9822—1988

粮油检验 谷物不溶性膳食纤维的测定

Inspection of grain and oils—
Determination of insoluble dietary fiber in cereals

2008-11-04 发布　　　　2009-01-20 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

中　华　人　民　共　和　国
国　家　标　准
粮油检验
谷物不溶性膳食纤维的测定
GB/T 9822—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946　68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230　1/16　印张 0.5　字数 10 千字
2009年1月第一版　2009年1月第一次印刷
*
书号：155066·1-35506　定价 10.00 元

前　言

本标准修改采用美国谷物化学师协会AACC方法32-20(1999)《不溶性膳食纤维》(英文版)。

本标准与AACC方法32-20(1999)的主要技术差异如下：

——增加了纤维素测定仪法；

——增加了精密度要求；

——将标准的注1修改为本标准5.17的注。

本标准代替GB/T 9822—1988《谷物不溶性膳食纤维测定法》。

本标准与GB/T 9822—1988的主要技术差异如下：

——天平的称量精度要求由0.001 g改为0.000 1 g；

——样品的粉碎粒度由“全部通过1 mm～2 mm筛孔”改为“全部通过1 mm筛孔”；

——规定了α-淀粉酶浓度为2.5%；

——取消了作为加热过程中的消泡剂十氢萘；

——增加了纤维素测定仪法；

——修改了对精密度的要求。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家粮食储备局成都粮食储藏科学研究所。

本标准主要起草人：何学超、程建华、肖学彬、冯永建、姜涛、兰盛斌。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9822—1988。

粮油检验
谷物不溶性膳食纤维的测定

1 范围

本标准规定了测定谷物不溶性膳食纤维的术语和定义、原理、试剂和材料、仪器设备、操作步骤、结果计算，以及精密度的要求。

本标准适用于谷物中不溶性膳食纤维的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

不溶性膳食纤维 insoluble dietary fiber

在中性洗涤剂的消化作用下，样品中的糖、淀粉、蛋白质、果胶等物质被溶解除去后不能消化的残渣。主要包括纤维素、半纤维素、木质素、角质和二氧化硅及不溶性灰分等。

4 原理

谷物样品经中性洗涤剂溶液浸煮，残渣用热水充分洗涤后，加入α-淀粉酶溶液以分解残留的结合态淀粉，再用水、丙酮洗涤并烘干，即为不溶性膳食纤维。

5 试剂和材料

除非另有规定，所有试剂均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。

5.2 四硼酸钠(硼砂，$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)。

5.3 十二烷基硫酸钠。

5.4 乙二醇-乙醚。

5.5 0.1 mol/L 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)：称取 14.2 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)溶于 100 mL 水中。

5.6 磷酸。

5.7 0.1 mol/L 磷酸二氢钠(NaH_2PO_4)：称取 12.0 g 磷酸二氢钠(NaH_2PO_4)溶于 100 mL 水中。

5.8 α-淀粉酶：酶活性不低于 800 A/mg。

5.9 无水亚硫酸钠。

5.10 精制玻璃纤维。

5.11 石油醚：沸程 30 ℃～60 ℃。

5.12 丙酮。

5.13 甲苯。

5.14 碘溶液：称取 3.6 g 碘化钾溶于 20 mL 水中，加入 1.3 g 碘，溶解后加水稀释至 100 mL。

5.15 中性洗涤剂：将 18.61 g 乙二胺四乙酸二钠(5.1)和 6.81 g 四硼酸钠(5.2)混合，加入 150 mL 水加热溶解得到溶液 1；另将 30 g 十二烷基硫酸钠(5.3)和 10 mL 乙二醇-乙醚(5.4)溶入 700 mL 热水中，然后加入到溶液 1 中。将 4.56 g 磷酸氢二钠(5.5)溶于 150 mL 热水中，也加入到溶液 1 中，混匀备用。

如果需要，用磷酸(5.6)调节 pH 至 6.9～7.1。在储存过程中如果溶液产生沉淀，可加热到 60 ℃使沉淀溶解。

5.16 磷酸盐缓冲溶液：用 0.1 mol/L 的磷酸氢二钠(5.5)溶液 38.7 mL 和 0.1 mol/L 的磷酸二氢钠(5.7)溶液 61.3 mL，配制成 100 mL 0.1 mol/L 的磷酸盐缓冲液(pH 为 7.0)。

5.17 2.5%α-淀粉酶溶液：称取 2.5 g α-淀粉酶(5.8)溶于 100 mL pH7.0 的磷酸盐缓冲溶液(5.16)中，离心，过滤，收集滤液备用。

注：应仔细选择 α-淀粉酶，因为有些 α-淀粉酶可抑制残留的半纤维素酶活性。α-淀粉酶活性测定可参考 Summer 方法：Methods of Enzymology，S. P. Colowick and N. D. Kaplan，eds.，1955，p. 149。

6 仪器设备

6.1 分析天平：分度值 0.000 1 g。

6.2 锥形瓶：500 mL。

6.3 回流冷凝装置：能与 500 mL 锥形瓶瓶口相匹配。

6.4 消化提取装置：在可调节温度的电加热板或垫有石棉网的电炉上，安装 500 mL 锥形瓶(6.2)，瓶口上安装回流冷凝装置(6.3)。该电加热板能将 25 ℃、200 mL 的水在 5 min～10 min 内加热至沸腾。

6.5 过滤器：30 mL 玻璃砂芯漏斗或与纤维测定仪匹配的玻璃坩埚(2 号滤片)。

6.6 电烘箱：可控制温度 110 ℃～130 ℃。

6.7 电热恒温培养箱：温度保持在 37 ℃±2 ℃。

6.8 干燥器：装有有效干燥剂。

6.9 抽滤装置：由玻璃砂芯漏斗和吸滤瓶组成，用水泵或真空泵抽滤。

6.10 粉碎磨：能将样品粉碎，使其能完全通过筛孔为 1 mm(相当于 20 目～30 目)的筛。

6.11 纤维测定仪：测定结果与手工法测定结果相比较，其准确度满足本标准的要求，仪器的精密度也满足本标准的要求。

7 操作步骤

7.1 扦样

按 GB 5491 执行。

7.2 试样的制备

将分取的检验用样品用粉碎磨(6.10)粉碎，使其能全部通过 1 mm 筛孔，充分混合，储于塑料瓶中，放一小包樟脑精，盖紧瓶塞保存备用。

7.3 操作步骤

用手工操作方法，按 7.3.1 处理；用纤维素测定仪法，则按 7.3.2 处理。

7.3.1 手工测定方法

7.3.1.1 试样的预处理

称取约 1.0 g 制备好的样品，准确到 0.000 1 g(m)，置于 500 mL 锥形瓶(6.2)中，如果样品粗脂肪含量超过 10%，每克样品需用 25 mL 石油醚(5.11)分三次浸提。浸提时加入一定量石油醚，振摇

1 min，静置 5 min，振摇、静置三次后，倾出上清液，如此反复。最后一次倾出上清液后，置通风橱内让残留石油醚挥发。

7.3.1.2 试样的消化

将装有试样的锥形瓶安装在消化提取装置(6.4)上，先向锥形瓶中加入 100 mL 中性洗涤剂(5.15)，再加入 0.50 g 无水亚硫酸钠(5.9)，启动消化装置，在 5 min～10 min 内使锥形瓶内容物加热至沸腾，从沸腾开始记时，调节电热板温度，使锥形瓶内容物保持微沸 60 min，关闭消化装置。

7.3.1.3 过滤器准备

在洁净的玻璃砂芯漏斗(6.5)中加入 1.0 g～3.0 g 精制玻璃纤维(5.10)，并使其形成杯状，放入 110 ℃电烘箱(6.6)中至少干燥 4 h，取出，放进干燥器(6.8)中冷却至室温，称量，复烘至恒质，得到玻璃砂芯漏斗和玻璃纤维的质量 m_1。

7.3.1.4 第一次过滤

将烘至恒质玻璃砂芯漏斗联接到抽滤装置(6.9)上，把经消化处理的样品倾入玻璃砂芯漏斗中的玻璃纤维中间，抽滤，用至少 500 mL 90 ℃～100 ℃热水分数次清洗残渣，每次洗涤后抽滤去水。

7.3.1.5 酶解

取下玻璃砂芯漏斗，将一定量(约 50 mL)的 2.5%α-淀粉酶溶液(5.17)加到已过滤的中性洗涤纤维残余物中，使酶液完全浸泡全部样品，让约 10 mL 酶液滤出，以置换玻璃过滤器中残留的清洗水。用橡皮塞塞住玻璃砂芯漏斗的底部并加入几滴甲苯(5.13)，放入 37 ℃±2 ℃电热恒温培养箱(6.7)中恒温 18 h(过夜)。

7.3.1.6 第二次过滤

取出电热恒温培养箱中的玻璃砂芯漏斗，除去底部的塞子，并将其连接到过滤装置上，抽滤去除酶液，用至少 300 mL 90 ℃～100 ℃热水，分数次清洗残渣，以洗去残留酶液，用碘液(5.14)检查是否有淀粉残留，如有残留，则重复 7.3.1.5 的操作，加酶水解淀粉至淀粉全部除去。然后抽干样品。

7.3.1.7 丙酮浸提

取下玻璃砂芯漏斗，用橡皮塞塞住玻璃砂芯漏斗的底部，在玻璃砂芯漏斗中加入 20 mL 丙酮(5.12)浸提 10 min，除去底部的塞子，抽滤，再用 10 mL 丙酮分两次洗涤，抽干。

7.3.1.8 烘干及称量

将玻璃砂芯漏斗取下，于 110 ℃烘箱中干燥 2 h～4 h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量至恒质，得到残留物、玻璃砂芯漏斗和玻璃纤维的质量 m_2。

7.3.2 纤维素测定仪法

7.3.2.1 玻璃坩埚的准备

将玻璃坩埚(6.5)洗净，放入 110 ℃电烘箱(6.6)至少干燥 4 h，在干燥器(6.8)中冷却至室温，称量至恒质，得到空玻璃坩埚质量 m_1。

7.3.2.2 试样的预处理

称取约 1.0 g 制备好的样品，准确到 0.000 1 g(m)，放入准备好的玻璃坩埚中。如果样品粗脂肪含量大于 10%，每克样品需用 25 mL 石油醚分三次抽提。浸提用纤维素测定仪的冷抽提装置在室温下进行，每次抽提约 8 min。

7.3.2.3 试样的消化

将装有样品的玻璃坩埚安装在纤维测定仪(6.11)的相应位置，顺序加入 100 mL 中性洗涤剂(5.15)和 0.50 g 无水亚硫酸钠(5.9)。启动仪器开关，使之加热，在 5 min～10 min 内使玻璃坩埚内容物至沸，然后从沸腾开始记时，保持微沸 60 min。

7.3.2.4 第一次过滤

样品微沸消化 60 min 后，启动抽滤开关抽滤净全部液体，用至少 500 mL 90 ℃～100 ℃热水，分数次清洗残渣并抽滤净全部液体。

7.3.2.5 酶解

将玻璃坩埚从仪器上取下，放进50 mL小烧杯，将2.5%α-淀粉酶溶液(5.17)加到玻璃坩埚中，使酶液超过并没过样品(约30 mL)，加入几滴甲苯(5.13)，放入37 ℃±2 ℃电热恒温培养箱(6.7)中，恒温18 h(过夜)。

7.3.2.6 第二次过滤

将玻璃坩埚重新安装在纤维测定仪(6.11)上，启动仪器抽滤开关，抽滤净酶液，用至少300 mL 90 ℃～100 ℃热水，分数次清洗残渣并抽滤净液体。

7.3.2.7 丙酮抽提

加入20 mL丙酮(5.12)浸提10 min，抽滤，再加入10 mL丙酮分两次洗涤并抽滤净液体。

7.3.2.8 烘干及称量

将玻璃坩埚取下，于110 ℃烘箱中干燥2 h～4 h，取出，置于干燥器(6.8)中冷却至室温，称量至恒质，得到残留物和玻璃坩埚的质量m_2。

8 结果计算

8.1 试样中不溶性膳食纤维含量按式(1)计算：

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样中不溶性膳食纤维含量(以质量分数计)，%；

m_2——玻璃滤器及残留物烘干后的质量，单位为克(g)；

m_1——玻璃滤器烘干后的质量，单位为克(g)；

m——试样的质量，单位为克(g)。

8.2 两个平行样测定结果的绝对差值不应超过1.0%，以平均值作为测定结果，结果保留到小数点后二位。

9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于1%的概率不低于95%。

GB/T 9822-2008

*

书号：155066・1-35506

定价：　10.00 元