《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》
国家推荐标准编制说明
（征求意见稿）

一、工作简况

1、任务来源

根据国家标准化管理委员会文件国标委发〔2025〕34 号“国家标准委关于下达 2025 年第六批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知”的要求，由全国食品工业标准化技术委员会（TC64）提出并归口，无锡市食品安全检验检测中心等负责修订 GB/T 22224-2008《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》，计划号为 20252870-T-469 。

2、制定背景

被誉为“第七大营养素”的膳食纤维在人体的营养健康和膳食平衡方面扮演着重要作用，市场上富含或添加膳食纤维的食品日益增多，因此准确、有效测定食品中的膳食纤维含量对于食品质量管理、营养评估及法规监管等方面具有重要作用。酶重量-液相色谱法是基于酶解反应利用重量法和液相色谱法测定食品中膳食纤维含量的一种方法，其中酶重量法测定不溶性膳食纤维和在乙醇中沉淀的可溶性膳食纤维的总量，液相色谱法测定不可沉淀的可溶性膳食纤维。

GB/T 22224-2008 的实施，规范了含低分子量抗性糊精食品中的总膳食纤维的测定条件和分析步骤，标准实施至今，为糖果蜜饯、粮食糕点、饮料乳品等行业的膳食纤维测定提供了标准化技术支撑。

随着食品品类不断丰富，添加抗性糊精的新型食品（如特殊医学用途配方食品、抗性糊精原料等）日益增多。原有标准难以应对如此多样化的样品类型，亟需进一步规范样品前处理方法。此外，原标准采用甘油作为内标物，但部分食品配料中已添加甘油作为增甜剂或保湿剂，会干扰液相色谱的测定结果，因此有必要选择其他可行的内标物。适时修订原标准，将进一步完善添加抗性糊精食品中膳食纤维测定的评价体系。

3、主要工作过程

（1）起草阶段：

国家标准项目立项后，牵头单位开始积极筹备标准修订的前期工作，确定总体工作方案，并组建标准起草工作小组。

2025 年 7 月至 9 月，标准起草工作组对添加抗性糊精的食品开展了调研与样品征集，获取了相关信息和数据。在此基础上，工作组对原标准拟开展修订，选取适宜的替代内标物取代甘油，采用商品化脱盐试剂以提高前处理效率。

2025 年 9 月 28 日于江苏无锡召开了国家标准《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》启动会议。主要参会单位涵盖相关原料及产品生产机构、科研院所和第三方检测机构，参会人员主要为从事标准制修订、仪器分析、具有丰富技术经验的专业研究人员，标准编制工作组制定了初步的标准编制工作计划。启动会上，综合各方意见，更换了定性标准物质，以便更好地区分三糖与二糖。同时，应相关企业的实际需求，增加了可溶性膳食纤维与不溶性膳食纤维的检测方法。

2025 年 11 月至 12 月，标准起草工作组查阅、收集和整理了国内外有关研究进展和专利、标准、法规等文献资料，掌握了相关标准的现状；对文献中膳食纤维测定方法进行了对比和总结，为标准文本的编制奠定理论基础。在前期研究的基础上，起草工作组相关单位共同讨论起草形成了《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》标准的技术框架和主要内容，初步形成了标准草案。

2026 年 1 月至 5 月，标准草案经过 6 家实验室的验证，包括无锡市食品安全检验检测中心、成都市食品检验研究院、广东省食品工业研究所有限公司、绿城农科检测技术有限公司、江南大学、河南泰利杰生物科技有限公司，方法验证结果符合要求。通过统计检验技术确认外部实验室试验结果的准确性。

（2）征求意见阶段

2026 年 6 月，起草工作组召开第二次标准起草工作会，会议对《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》标准草案的名称、范围、检验方法内容、附录等章节逐一进行了修改，会后根据修改意见形成了《食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法》标准讨论稿及其编制说明。根据前期讨论意见进一步修改标准文本及编制说明，形成了标准公开征求意见稿。

（3）公平竞争审查工作情况的说明

起草组已对本标准进行了公平竞争审查（见附件表 10 公平竞争审查表），没有违反相关规定。

4、主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

本文件起草单位：无锡市食品安全检验检测中心、湖南英氏营养食品有限公司、绿城农科检测技术有限公司、广东产品质量监督检验研究院、完美（中国）有限公司、内蒙古蒙牛乳业（集团）股份有限公司、青海省产品质量检验检测院、上海天智绿色食品有限公司、乐源健康科技（湖州）有限公司、江苏泽朗健康科技集团有限公司、江苏省农业科学院农产品加工研究所、浙江李子园食品股份有限公司、辽宁未来生物科技有限公司、河南泰利杰生物科技有限公司、南京北极光生物科技有限公司、南京市产品质量监督检验院（南京市质量发展与先进技术应用研究院）、江南大学、渤海大学、辽宁大学、北部湾大学、山东百龙创园生物科技股份有限公司、四川菊乐食品股份有限公司、广东省食品工业研究所有限公司、天津科技大学、中国食品发酵工业研究院有限公司、江苏大学、国家粮食和物资储备局科学研究院、江苏食品药品职业技术学院、四川味欣生物科技股份有限公司、中轻食品工业管理中心、中国农业大学、国检测试控股集团辽宁有限公司、天津现代职业技术学院、武汉谱尼科技有限公司、山东阳平食品有限公司。

主要起草人：高鹏、冯永巍、戴志勇、倪娟桢、薛庆海、田耀旗、张燕、郭丹、肖丹华、逯刚、董立雅、陈阳、杜龙、朱玉燕、于霞、李莹、何建新、朱文秀、李博胜、贾东贝、董刘敏、郭方杰、郭泽宇、易松波、杨淼、吴肖肖、孙秀兰、曾茂茂、赵伟、刘贺、宁祟、戴梓茹、毕海洲、邢丽丽、张兴晶、曲崧、韦誉、庄俊钰、杜欣军、刘锐、刘士伟、苑鹏、柳嘉、唐亚娟、黄文强、周晨光、刘明、贾韵千、贝红霞、余招、李洋、董丽、罗颖华、姜晓坤、夏美君、王立晖、龚国珍、任学正。

标准主要起草人所做工作：标准起草组在查阅文献资料及企业调研的基础上，进行了广泛的样品搜集，通过对含抗性糊精样品膳食纤维（总膳食纤维、可溶性膳食纤维、不溶性膳食纤维）的实验测定与数据分析，参考相关现行标准的基础上，对国家标准与编制说明进行起草。其中，高鹏、冯永巍、戴志勇、倪娟桢、薛庆海、田耀旗、张燕、郭丹、肖丹华总负责，确定总体思路、标准框架、重点

内容；逯刚、董立雅、陈阳、杜龙、朱玉燕、于霞、李莹、何建新、朱文秀、李博胜、贾东贝、董刘敏、郭方杰、郭泽宇、易松波、杨淼、吴肖肖、孙秀兰、曾茂茂、赵伟、刘贺、宁祟、戴梓茹等人负责样品调研收集、资料收集、实验测定、数据分析、撰写及修改部分章节的内容；毕海洲、邢丽丽、张兴晶、曲崧、韦誉、庄俊钰、杜欣军、刘锐、刘士伟、苑鹏、柳嘉、唐亚娟、黄文强等人负责标准的实用性、指导性、可靠性研究论证；周晨光、刘明、贾韵千、贝红霞、余招、李洋、董丽、罗颖华、姜晓坤、夏美君、王立晖、龚国珍、任学正等人对标准撰写提供指导及建议。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

1、标准编制原则

本标准格式依据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的要求和规定编写。

方法的制定是依据 GB/T 27417-2017 《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》和 GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》。

（1）科学性原则

以科学技术为依据，经过科学研究而制定，严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

（2）可操作性原则

本标准在起草过程中，标准起草工作小组召集了国内具有一定代表性的生产和应用企业，以及相关的检测机构，充分听取他们对编制该标准的建议，收集了企业的样品，并对产品进行检测、分析，使标准的条款内容更具有可操作性。

（3）先进性原则

标准起草工作小组积极了解国内外膳食纤维检测方法，借鉴国际标准建设经验，使其准确度、精密度和灵敏度达到较高水平，保持标准的先进性。

（4）实用性原则

符合检测从业人员的技术水平，能被国内主要分析实验室所使用并达到所规定的要求。为质量控制部门、有关企业、研究院所等服务。

2、标准主要内容

（1）标准名称

本标准主要解决食品中膳食纤维测定的技术问题，标准名称为：食品中膳食纤维的测定 酶重量法-液相色谱法，英文标题翻译为“Determination of dietary fiber in foods——Enzymatic gravimetric method-liquid chromatography”。

（2）主体内容

标准的主体内容包括：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、精密度等。

（3）标准适用范围

本文件规定了酶重量法-液相色谱法测定食品中含低分子量抗性糊精的膳食纤维的条件和分析步骤。

本文件适用于含有抗性糊精的糖果（含巧克力及制品）、蜜饯、粮食及制品、糕点、饮料、乳制品等食品，特殊食品，食品原料（抗性糊精）中总膳食纤维、可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的测定。

（4）引用文件

列出了本标准中涉及引用的标准等相关文件。

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB/T 21922-2026 食品营养健康管理通用术语

QB/T 5947-2024 抗性糊精

（5）方法原理

取两份试样，依次在热稳定α-淀粉酶、蛋白酶、淀粉葡萄糖甘酶的作用下将试样中的淀粉、蛋白质等酶解为可溶性小分子。

酶解液经 78%乙醇沉淀、抽滤，用乙醇和丙酮洗涤残渣，经干燥称重，减去两份残渣中的蛋白质和灰分质量，计算出不溶性膳食纤维和可在乙醇中沉淀的高分子质量可溶性膳食纤维的总量（即 IDF+SDFP）。收集滤液，经脱盐、浓缩后，用高效液相色谱内标法测定溶于乙醇的低分子质量的可溶于乙醇的抗性糊精（RD，SDFS）。将两部分的值相加，即得到样品中的总膳食纤维（TDF）。

将酶解液直接抽滤并用热水洗涤，收集滤渣部分经洗涤、干燥、称重，减去残渣中的蛋白质和灰分质量后测定 IDF 残渣质量。收集滤液部分再用 78%乙醇

沉淀，沉淀经干燥、称重，减去残渣中的蛋白质和灰分质量后测定 SDFP 残渣质量，滤液部分测定 RD（SDFS），RD（SDFS）和 SDFP 之和为 SDF。

2、标准内容调整依据说明

（1）修改了“1 范围”

目前，国内生产企业及食品配料标识均以“抗性糊精”作为标准名称，而“抗性麦芽糊精”的用法并不普遍。基于此，将相关表述修改为“抗性糊精”。结合通用食品分类，将糖果蜜饯（含巧克力及制品）拆分为糖果（含巧克力及制品）、蜜饯；将保健食品范围扩大至特殊食品（保健食品、特殊医学用途配方食品、婴幼儿配方食品）；增加抗性糊精原料的适用范围。此外，样品调研征集阶段未征集到添加抗性糊精的肉制品样品，因此适用范围删除了肉制品。具体见表 1。应相关企业的实际需求，本文件新增了可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的检测方法，适用范围增加了可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的检测。

表 1 拟修订标准与原标准适用范围的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
范围	本标准的第二法规定了酶重量法-液相色谱法测定食品中含低分子质量抗性麦芽糊精的总膳食纤维的条件和详细分析步骤。 本标准的第二法适用于含有抗性麦芽糊精的糖果蜜饯(含巧克力及制品)、粮食及制品、糕点、饮料、乳制品、肉制品和保健食品等食品中总膳食纤维的测定。	本文件规定了酶重量法-液相色谱法测定食品中含低分子量抗性糊精的膳食纤维的条件和分析步骤。 本文件适用于含有抗性糊精的糖果（含巧克力及制品）、蜜饯、粮食及制品、糕点、饮料、乳制品等食品，特殊食品，食品原料（抗性糊精）中总膳食纤维、可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的测定。

（2）修改规范性引用文件

水分、灰分、蛋白质的测定引用最新标准；增加引用文件GB/T 21922-2026 食品营养健康管理通用术语和QB/T 5947-2024 抗性糊精：术语“膳食纤维”、“可溶性膳食纤维”、“不溶性膳食纤维”引用自GB/T 21922-2026 食品营养健康管理通用术语；术语“抗性糊精”引用自QB/T 5947-2024 抗性糊精。具体见表2。

表 2 拟修订标准与原标准术语和定义的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
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	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，其随后所有的修订单（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

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
	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/T5009.3一2003 食品中水分的测定 GB/T 5009.4-2003 食品中灰分的测定 GB/T 5009.5-2003 食品中蛋白质的测定	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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定 GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定 GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定 GB/T 21922-2026 食品营养健康管理通用术语 QB/T 5947-2024 抗性糊精

（3）修改术语和定义

修改完善了总膳食纤维的定义，明确总膳食纤维为可溶性膳食纤维与不溶性膳食纤维之和；完善了抗性糊精的定义，增加了QB/T 5947-2024中对抗性糊精的定义，即以食用淀粉或淀粉质为原料，在酸性条件下经糊精化反应制得的一种膳食纤维；增加了膳食纤维、可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的定义，引用自GB/T 21922-2026 食品营养健康管理通用术语，具体见表3。

表 3 拟修订标准与原标准术语和定义的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
术语和定义	2.3.1总膳食纤维 total dietary fiber TDF 包括不溶性膳食纤维(insolubledietaryfiber， IDF)、高分子质量在乙醇中沉淀的可溶性膳食纤维(soluble dictary fiber， SDF)和低分子质量可溶于乙醇的可性抗性麦芽糊(resistant maltodextrin，RMD)。 2.3.2 抗性麦芽糊精 resistant maltodextrin；RMD 葡萄糖聚合物的聚集体，分子质量分布为504（DP-3）到大于10000（DP-62），平均分子质量为2000。	3.1膳食纤维（dietary Fiber；DF） 植物性食物中天然存在或通过提取/合成的、不能被人体小肠消化吸收但具有健康意义的、聚合度≥3的可食用碳水化合物聚合物。 3.2可溶性膳食纤维（soluble dietary fiber；SDF） 能溶于水的膳食纤维部分，包括不能消化的低聚糖和小分子多糖。按照在乙醇中可否沉淀分为：高分子质量在乙醇中可沉淀的可溶性膳食纤维（SDFP）、低分子质量可溶于乙醇的可溶性抗性糊精（resistant dextrin，RD；SDFS）。 3.3 不溶性膳食纤维（insoluble dietary fiber；IDF） 不能溶于水的膳食纤维部分。 3.4 总膳食纤维（total dietary fiber；TDF） 可溶性膳食纤维与不溶性膳食纤维之和，包

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
		括不溶性膳食纤维、高分子质量在乙醇中可沉淀的可溶性膳食纤维（SDFP）和低分子质量可溶于乙醇的可溶性抗性糊精（resistant dextrin，RD；SDFS） 3.5 抗性糊精（resistant dextrin；RD） 以食用淀粉或淀粉质为原料，在酸性条件下经糊精化反应制得的一种膳食纤维。 葡萄糖聚合物的聚集体，分子质量分布为504（DP-3）到大于10000（DP-62），平均分子质量为2000。

（4）修改了原理

应相关企业的实际需求，本文件新增了可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的检测方法，因此增加了不溶性膳食纤维和可溶性膳食纤维的检测原理，见表 4。

表 4 拟修订标准与原标准原理的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
原理	取试样两份在热稳定α-淀粉酶、蛋白酶和淀粉葡萄糖苷酶的依次作用下将试样中的淀粉、蛋白质等酶解为溶解态的小分子。酶解液经乙醇沉淀、抽滤，用乙醇和丙酮洗涤残渣，干燥后称重，减去由两份残渣分别测定得到的蛋白质和灰分的质量，计算出不溶性膳食纤维和在乙醇中沉淀的高分子质量可溶性膳食纤维的总量(1DF+SDF)。抽滤液经脱盐，高效液相色谱内标法定量洗脱液中的低分子质量可溶于乙醇的抗性芽糊精(RMD)。将两部分的值相加，即得到样品中的总膳食纤维(TDF)。	取两份试样，依次在热稳定α-淀粉酶、蛋白酶、淀粉葡萄糖苷酶的作用下将试样中的淀粉、蛋白质等酶解为可溶性小分子。酶解液经78%乙醇沉淀、抽滤，用乙醇和丙酮洗涤残渣，经干燥称重，减去两份残渣中的蛋白质和灰分质量，计算出不溶性膳食纤维和可在乙醇中沉淀的高分子质量可溶性膳食纤维的总量（即IDF+SDFP）。收集滤液，经脱盐、浓缩后，用高效液相色谱内标法测定溶于乙醇的低分子质量的可溶于乙醇的抗性糊精（RD，SDFS）。将两部分的值相加，即得到样品中的总膳食纤维（TDF）。 将酶解液直接抽滤并用热水洗涤，收集滤渣部分经洗涤、干燥、称重，减去残渣中的蛋白质和灰分质量后测定IDF残渣质量。收集滤液部分再用78%乙醇沉淀，沉淀经干燥、称重，减去残渣中的蛋白质和灰分质量后测定SDFP残渣质量，滤液部分测定RD（SDFS），RD（SDFS）和SDFP之和为SDF。

（5）修改了内标的类型

原标准采用甘油（丙三醇）作为内标物，存在两方面问题：一是要求所用酶制剂中不得含有作为保护剂的甘油，但市面上部分酶恰恰使用甘油作为保护剂，

从而限制了酶的来源；二是部分食品配料中本身添加了甘油（用作增甜剂、保湿剂或防腐剂），会对液相色谱测定结果产生干扰。

内标物选择考虑的原则：结构相似、稳定、不能被树脂吸附、保留时间接近且与目标化合物及糖、糖醇做到有效分离。参考 AOAC 等方法，选用二甘醇作为内标物。

表 5 拟修订标准与原标准内标物的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
内标	丙三醇：CAS 56-81-5，纯度≥99.5%	二甘醇（$C_4H_{10}O_3$）：CAS 111-46-6，纯度≥99%

在酶制剂及实际样品均不含甘油的情况下，用二甘醇做内标物和用甘油做内标物进行比较，实验结果表明，两者均能满足膳食纤维检测（总膳食纤维）的需要，且误差在 10%以内。因此，使用二甘醇作为内标物是可行的。

（6）修改了定性标准物质

原标准采用麦芽糊精作为定性标准物质，以麦芽糊精液相色谱图中的 DP3 色谱峰作为聚合度≥3 与聚合度＜3 的分界，并将 DP3（含 DP3）之前的色谱峰均计为膳食纤维部分。但实际操作中，这一分界并不明确。

为了确定聚合度≥3 与聚合度＜3 的碳水化合物聚合物定性分离时间，分别选取多种三糖（异麦芽三糖、潘糖、棉子糖、蔗果三糖、麦芽三糖等）和多种二糖（异麦芽糖、乳糖、蔗糖、D-麦芽糖、海藻糖），进行色谱分离，观测各物质的出峰保留时间和位置关系。实验结果如下：出峰时间为异麦芽三糖 30.841min、潘糖 31.304min、棉子糖 31.319min、蔗果三糖 31.630min、麦芽三糖 31.741min；异麦芽糖 33.087min、乳糖 33.291min、D-麦芽糖 33.651min、蔗糖 33.960min。蔗果三糖、麦芽三糖出峰时间更接近二糖的出峰时间，考虑到蔗果三糖更易于购买，因此选取蔗果三糖作为区分可溶性膳食纤维（RD，SDFS）与糖的定性标准物质。

表 6 拟修订标准与原标准定性标准物质的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
定性标准物质	麦芽糊精：纯度≥95% 取50 μL的1%麦芽糊精溶液注入液相色谱仪，在上述色谱条件下测定，确定色谱图中DP≥3的葡萄糖聚合物的	蔗果三糖（C18H32O16）：CAS 470-69-9，纯度≥98% D-麦芽糖（C12H22O11）：CAS 69-79-4，纯度≥98% 取20 μL定性标准溶液注入液相色谱仪，在上述色谱条件下测定，根据蔗果三糖和 D-麦芽糖保留时间和基线分离效

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
	保留时间。	果，确定碳水化合物聚合度≥3与聚合度<3 的分界值，待测组分保留时间区间。

（7）修改了脱盐试剂的类型和脱盐方式

原标准使用的强酸性苯乙烯型阳离子交换树脂（Na 型），需要经浸泡溶胀 1 周、水洗、酸洗等步骤转化成 H-型才能使用；使用的多胺基弱碱性离子交换树脂(OH-型)也需要在水中溶胀 1 周才能使用。处理周期比较长。脱盐是将上述处理好的离子交换树脂装填到玻璃柱中，用来净化样品溶液。每检测一批样品，需要重新装柱，不能批量检测。

目前，市面上乙经有商品化的强酸性氢离子交换树脂（H^+）和弱碱性丙烯酸系阴离子交换树脂（OH^-），可直接用于脱盐处理。参考 AOAC 等方法，将商品化的离子交换树脂添加到离心管中，在离心管内完成样品溶液的净化，可实现批量检测，提高检测效率。

表 7 拟修订标准与原标准脱盐试剂的比对

项目	GB/T 22224-2008 第二法	拟修订
脱盐试剂	2.5.16 多胺基弱碱性离子交换树脂(OH-型)：在去离子水中溶胀1周后备用。 2.5.17 大孔强酸性苯乙烯型阳离子交换树脂(Na型)：采用以下方法转化为H-型进行活化。取500g树脂在水中溶胀1周，水漂洗后加1200mL水和400mL37%的盐酸，不时搅拌4h。水漂洗后加2L水浸泡2h，重复一次，漂洗后备用。 2.8.4.1 脱盐 在玻璃柱(2.6.14)中加入溶胀好并充分混合的10gOH-型多胺基弱碱性离子交换树脂(2.5.16)和10g转化为H-型的Na-型大孔强酸性苯乙烯型阳离子交换树脂(2.5.17)。先用100mL的水清洗。然后把2.8.3.4中的50 mL溶液加人到柱子中,用100 mL的水洗脱,流速0.8 mL/min,收集150mL洗脱液,在50°C旋转蒸发至近干,加少量水转移出，定容至25mL。溶液经0.45m水相滤膜过滤，待液相色谱分析用。	5.1.14 弱碱性丙烯酸系阴离子交换树脂（OH-）：功能基团为叔胺基的交联丙烯酸凝胶，平均粒径0.50 mm～0.75 mm，离子交换容量（以OH^-计）≥1.6 mmol/mL。 5.1.15 强酸性氢离子交换树脂（H+）：功能基团为磺酸(SO_3^-)的苯乙烯-二乙烯基苯共聚物,平均粒径0.82 mm～1.00 mm，离子交换容量（以H^+计）≥1.6 mmol/mL。 7.5.2.3 脱盐 取15 mL带盖聚丙烯管,预先装填阴离子交换树脂（OH^-）、氢离子交换树脂（H^+）各2 g。取5 mL复溶液加至聚丙烯管，旋紧盖子，反复颠倒混合5 min以上以充分脱盐，静置沉淀10 min，上清液转至另一15 mL带盖聚丙烯管中。向沉淀物中加入5 mL水，旋紧盖子，反复颠倒混合，静置5 min，合并上清液，混合后经0.45 μm 滤膜过滤，上机待测。

使用商品化的离子交换树脂在离心管中净化样品溶液和原标准方法比较，两者均能满足膳食纤维（总膳食纤维）检测的需要，且误差在 10%以内。因此，选

择商品化的脱盐试剂在离心管中净化样品溶液是可行的。

（8）补充了样品制备方法

针对高水分食品（水分含量≥70%、不易混匀的半固体或含有悬浮物的不均匀液体试样），由于膳食纤维含量较低且难以均匀取样，直接测定较为困难。因此，采用干燥脱水的方式先富集固形物，再测定固形物中的膳食纤维含量。而均匀液体试样（如液体饮料）采用直接取样的方式检测。

（9）修改了称样量

原标准未根据样品中膳食纤维的实际含量调整取样量，统一规定为 1 g，存在以下问题：对于膳食纤维含量较高的样品，取样量过大可能导致后续处理过程中膳食纤维成分超载（硅藻土无法有效吸附），从而使检测结果偏低；而对于膳食纤维含量较低的样品（如液体饮料），取样量过小则可能因纤维总量不足而影响检测准确性。因此，本次修订调整称样量范围：固体试样的取样量为 0.25 g～3 g，液体试样的取样量为 1.0 g～5.0 g。

（10）色谱柱的选择

选取市面上常见的 3 款凝胶色谱柱，验证标准品（含内标）和实际样品的分离效果。

凝胶色谱柱 1： 安捷伦 PL aquagel-OH 20 色谱柱（300*7.5mm，5μm），两根色谱柱串联。该色谱柱，定性标准物质三糖（蔗果三糖）和二糖（麦芽糖）的分离效果不是很理想，见图 1。

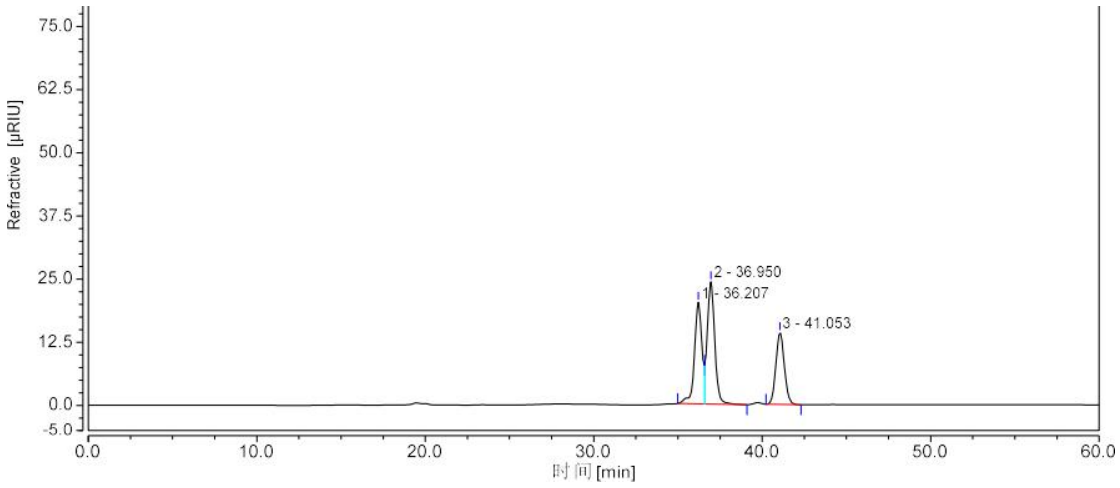


图 1 安捷伦色谱柱三糖和二糖分离效果

凝胶色谱柱 2：Shodex SUGAR KS-801（300*8.0mm，6μm） ，两根色谱柱

串联。该色谱柱定性标准物质三糖和二糖的分离效果比较好，但峰形不对称，见图 2。

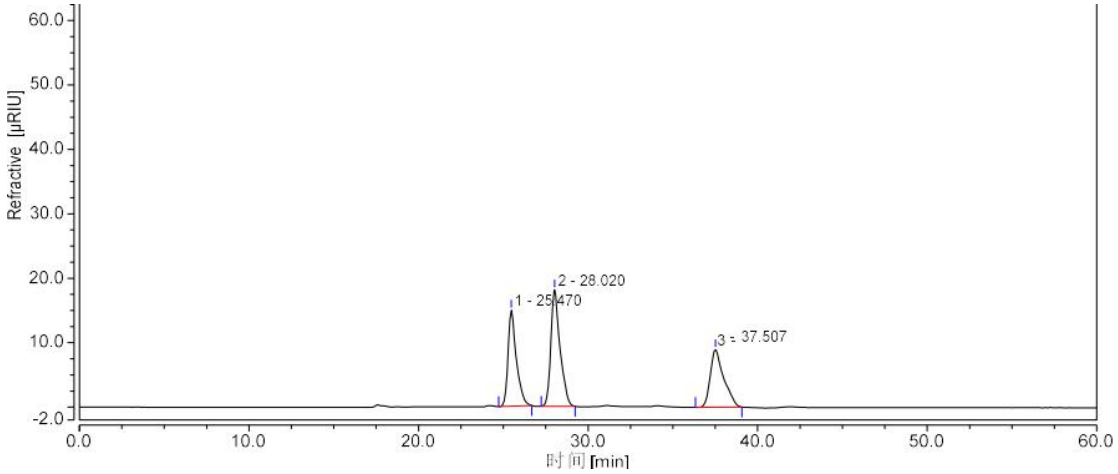


图 2 Shodex 色谱柱三糖和二糖分离效果

另外，实际样品检测时，甘油与二甘醇无法分离，出峰时间几乎一致，影响检测，见图 3，色谱峰 2 包含甘油和二甘醇两个峰。

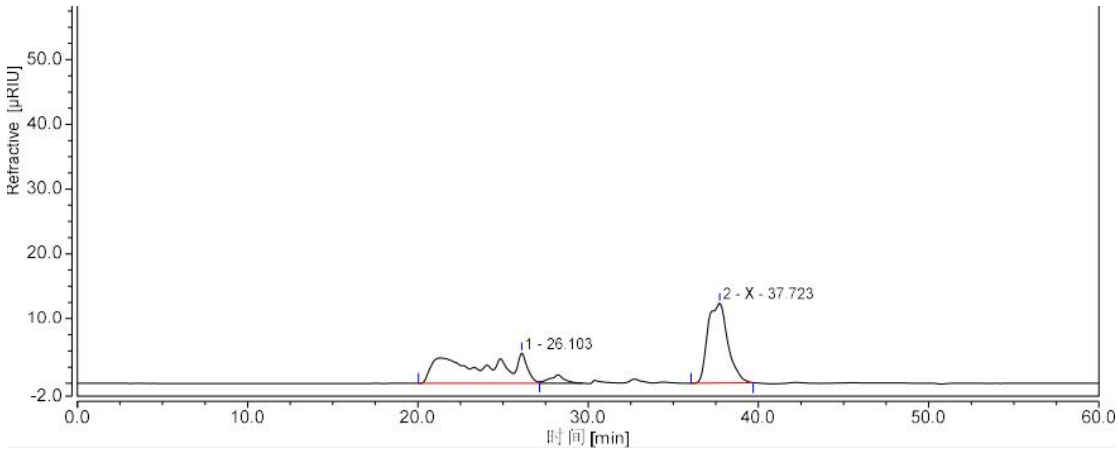


图 3 Shodex 色谱柱实际样品分离效果

凝胶色谱柱 3：TSKgel G2500PWXL 凝胶色谱柱(粒径 6um，7.8mmx300mm)，两根色谱柱串联。该色谱柱定性标准物质三糖和二糖的分离效果比较好且峰形对称，见图 4。

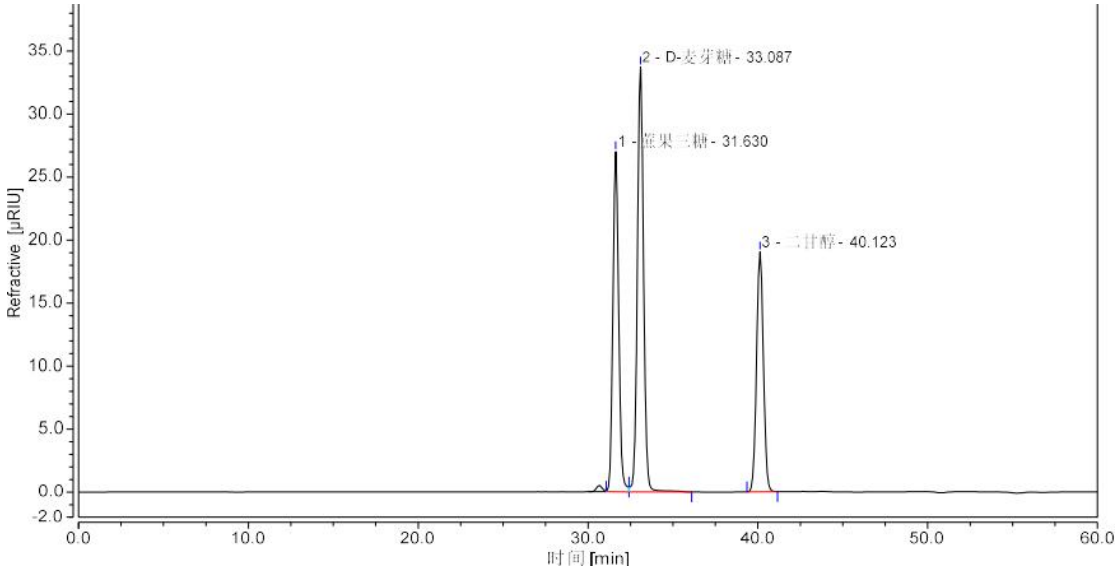


图 4 TSKgel G2500PWXL 色谱柱三糖与二糖分离效果

另外，实际样品检测时，甘油与二甘醇能够实现基线分离，见图 5，色谱峰 8 为甘油。色谱峰 9 为二甘醇。

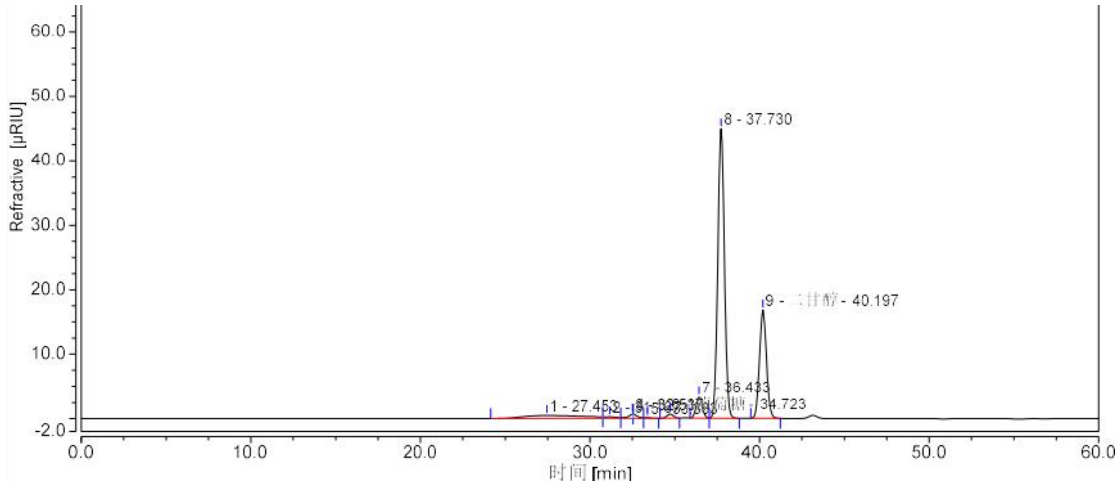


图 5 TSKgel G2500PWXL 色谱柱实际样品分离效果

综合分析，选择凝胶色谱柱 3（TSKgel G2500PWXL 凝胶色谱柱(粒径 6um，7.8mmx300mm)，两根色谱柱串联）作为液相法分析小分子可溶性膳食纤维（抗性糊精）的色谱柱，色谱柱规格与原标准一致。

三、试验验证的分析、综述报告

1、实验室内部验证情况

按照本标准方法文本确定的步骤进行操作，对糖果等 14 种含抗性糊精的样

品进行检测，每个样品检测 6 次，同时检测总膳食纤维、可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维含量，计算各膳食纤维含量平均值和精密度，检测结果见表 8。

14 种样品的总膳食纤维、可溶性膳食纤维、不溶性膳食纤维的相对标准偏差均＜10%，验证结果表明，该方法具有良好的精密度。

表 8 样品的测定结果和精密度

盲样编号及基质	检测项目	含量 1 g/100g	含量 2 g/100g	含量 3 g/100g	含量 4 g/100g	含量 5 g/100g	含量 6 g/100g	平均 g/100g	相对标准偏差 RSD %
SSXW01 糖果	总膳食纤维	18.23	17.98	15.49	18.93	17.94	16.78	17.56	6.99
	可溶性膳食纤维	18.23	17.98	15.49	18.93	17.94	16.78	17.56	6.99
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——
SSXW02 巧克力	总膳食纤维	32.69	34.71	32.31	36.27	33.22	34.95	34.02	4.50
	可溶性膳食纤维	30.8	32.74	30.26	34.13	30.94	33.19	32.01	4.86
	不溶性膳食纤维	1.89	1.97	2.05	2.14	2.28	1.76	2.02	9.14
SSXW03 蜜饯	总膳食纤维	22.28	19.33	23.25	21.71	20.83	21.86	21.54	6.22
	可溶性膳食纤维	18.63	15.90	19.96	17.86	17.06	17.80	17.87	7.67
	不溶性膳食纤维	3.65	3.43	3.29	3.85	3.77	4.06	3.68	7.71
SSXW04 米粉	总膳食纤维	3.56	3.69	3.80	3.70	3.88	3.47	3.68	4.09
	可溶性膳食纤维	2.91	3.10	3.18	3.15	3.30	2.90	3.09	5.10
	不溶性膳食纤维	0.65	0.59	0.62	0.55	0.58	0.57	0.59	6.09

盲样编号及基质	检测项目	含量 1 g/100g	含量 2 g/100g	含量 3 g/100g	含量 4 g/100g	含量 5 g/100g	含量 6 g/100g	平均 g/100g	相对标准偏差 RSD %
SSXW05 面包	总膳食纤维	12.96	12.13	13.17	11.84	11.53	11.26	12.15	6.34
	可溶性膳食纤维	10.91	10.02	11.38	9.85	9.85	9.41	10.24	7.30
	不溶性膳食纤维	2.05	2.11	1.79	1.99	1.68	1.85	1.91	8.66
SSXW06 饼干	总膳食纤维	14.73	14.77	13.83	13.99	15.02	13.95	14.38	3.58
	可溶性膳食纤维	12.64	12.75	12.05	12.17	13.09	12.07	12.46	3.44
	不溶性膳食纤维	2.09	2.02	1.78	1.82	1.93	1.88	1.92	6.17
SSXW07 饮料（固体）	总膳食纤维	3.49	3.56	3.58	3.73	3.50	3.72	3.60	2.92
	可溶性膳食纤维	2.42	2.68	2.59	2.79	2.58	2.61	2.61	4.68
	不溶性膳食纤维	1.07	0.88	0.99	0.94	0.92	1.11	0.98	9.10
SSXW08 饮料（液体）	总膳食纤维	1.41	1.39	1.45	1.28	1.43	1.36	1.39	4.39
	可溶性膳食纤维	1.41	1.39	1.45	1.28	1.43	1.36	1.39	4.39
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——
SSXW09 乳制品（奶粉）	总膳食纤维	3.03	3.09	3.27	3.32	3.37	3.13	3.20	4.28
	可溶性膳食纤维	3.12	3.01	3.26	3.3	3.37	3.14	3.20	4.16
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——

盲样编号及基质	检测项目	含量 1 g/100g	含量 2 g/100g	含量 3 g/100g	含量 4 g/100g	含量 5 g/100g	含量 6 g/100g	平均 g/100g	相对标准偏差 RSD %
SSXW10 乳制品（牛奶）	总膳食纤维	1.57	1.61	1.46	1.63	1.54	1.58	1.56	3.85
	可溶性膳食纤维	1.56	1.62	1.45	1.64	1.53	1.58	1.56	4.37
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——
SSXW11 保健食品	总膳食纤维	18.27	18.36	18.29	18.00	17.58	17.76	18.04	1.77
	可溶性膳食纤维	10.25	10.17	10.21	10.06	9.38	9.95	10.00	3.24
	不溶性膳食纤维	8.02	8.19	8.08	7.94	8.20	7.81	8.04	1.87
SSXW12 特医食品（固体）	总膳食纤维	5.63	5.49	5.68	5.79	5.57	5.78	5.66	2.08
	可溶性膳食纤维	5.63	5.52	5.76	5.93	5.37	5.65	5.64	3.42
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——
SSXW13 特医食品（液体）	总膳食纤维	2.52	2.39	2.29	2.39	2.55	2.14	2.42	3.94
	可溶性膳食纤维	2.53	2.40	2.27	2.40	2.52	2.36	2.41	4.09
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——
SSXW14 抗性糊精原料	总膳食纤维	88.64	89.72	90.15	88.39	88.10	89.78	89.13	0.96
	可溶性膳食纤维	88.58	89.67	90.10	88.32	88.04	89.71	89.12	0.98
	不溶性膳食纤维	0	0	0	0	0	0	0	——

2、实验室间验证情况

2026 年 1 月-2026 年 5 月，本方法经过无锡市食品安全检验检测中心、成都市食品检验研究院、广东省食品工业研究所有限公司、绿城农科检测技术有限公司、江南大学、河南泰利杰生物科技有限公司 6 家实验室进行了方法验证。对比的步骤和流程：由无锡市食品安全检验检测中心发起并将样品编号后以盲样方式发给参与验证的实验室。各实验室按照本标准方法文本确定的步骤进行操作，同时测定总膳食纤维、不溶性膳食纤维和可溶性膳食纤维含量，计算各膳食纤维含量的平均值和相对标准偏差，相对标准偏差均＜10%（见表 9），6 家单位的各膳食纤维含量平均值的组间相对标准偏差均＜10%（见表 9），验证结果表明，该方法具有良好的重复性和再现性。

表 9　六家实验室的测定结果和精密度

盲样编号及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6	组间 RSD %
SSXW01 糖果	总膳食纤维	平均值 g/100g	17.56	18.02	18.85	18.76	17.78	17.88	2.95
		组内 RSD %	6.99	1.8	3.69	3.14	1.61	0.2	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	17.56	18.02	18.85	18.76	17.78	17.88	2.95
		组内 RSD %	6.99	1.8	3.69	3.14	1.61	0.2	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	
SSXW02 巧克力	总膳食纤维	平均值 g/100g	34.02	33.75	32.63	34.03	32.99	33.43	1.71
		组内 RSD %	4.50	2.1	2.11	4.48	0.64	0.5	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	32.01	31.70	30.54	31.98	30.99	31.43	1.85
		组内 RSD %	4.86	2.3	2.24	4.61	0.62	0.5	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	2.02	2.05	2.09	2.06	2.00	1.99	1.88
		组内 RSD %	9.14	1.6	2.19	4.6	2.85	3.1	

盲样编号及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6	组间 RSD %
SSXW03 蜜饯	总膳食纤维	平均值 g/100g	21.54	20.60	20.57	20.76	19.90	19.98	2.90
		组内 RSD %	6.22	1.2	4.51	0.59	0.97	0.7	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	17.87	17.22	17.15	17.22	16.28	16.48	3.38
		组内 RSD %	7.67	1.0	5.51	0.99	1.68	1.0	
	不溶性总膳食纤维	平均值 g/100g	3.68	3.38	3.42	3.54	3.62	3.50	3.26
		组内 RSD %	7.71	2.2	3.42	1.85	4.71	1.5	
SXW04 米粉	膳食纤维	平均值 g/100g	3.68	3.52	3.73	3.73	3.48	3.70	3.04
		组内 RSD %	4.09	1.4	1.04	1.84	0.74	4.6	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	3.09	2.90	3.09	3.17	2.88	3.10	3.91
		组内 RSD %	5.10	2.0	1.21	1.90	1.35	5.2	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0.59	0.62	0.64	0.56	0.60	0.59	4.59
		组内 RSD %	6.09	3.0	4.85	6.92	3.82	3.8	
SSXW05 面包	总膳食纤维	平均值 g/100g	12.15	11.08	12.10	12.17	12.11	12.24	3.69
		组内 RSD %	6.34	0.7	4.40	1.16	0.80	1.8	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	10.24	9.35	10.19	10.33	10.21	10.35	3.74
		组内 RSD %	7.30	0.9	5.44	1.60	1.05	1.9	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	1.91	1.73	1.91	1.84	1.90	1.89	3.77
		组内 RSD %	8.66	2.5	4.00	2.06	1.78	2.5	

盲样编号及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6	组间 RSD %
SSXW06 饼干	总膳食纤维	平均值 g/100g	14.38	14.62	14.41	14.67	14.26	14.66	1.19
		组内 RSD %	3.58	1.5	3.13	3.82	0.69	0.8	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	12.46	12.72	12.54	12.69	12.36	12.74	1.24
		组内 RSD %	3.44	1.6	3.26	4.90	1.18	1.1	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	1.92	1.91	1.87	1.99	1.90	1.93	2.08
		组内 RSD %	6.17	2.3	2.54	5.55	3.12	2.8	
SSXW07 饮料（固体）	总膳食纤维	平均值 g/100g	3.60	3.79	3.49	3.61	3.50	3.48	3.30
		组内 RSD %	2.92	1.2	1.02	3.22	1.76	2.7	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	2.61	2.76	2.47	2.51	2.50	2.48	4.39
		组内 RSD %	4.68	1.2	3.91	5.87	3.38	5.2	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0.98	1.03	1.02	1.10	1.00	0.99	4.25
		组内 RSD %	9.10	2.3	6.79	3.15	4.95	4.7	
SSXW08 饮料（液体）	总膳食纤维	平均值 g/100g	1.39	1.48	1.48	1.59	1.53	1.49	4.41
		组内 RSD %	4.39	2.9	4.38	4.22	1.08	4.4	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	1.39	1.48	1.50	1.59	1.51	1.50	4.29
		组内 RSD %	4.39	2.3	0.05	3.67	1.16	3.1	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	

盲样编号及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6	组间 RSD %
SSXW09 乳制品（奶粉）	总膳食纤维	平均值 g/100g	3.20	3.07	3.06	3.05	3.12	3.02	2.09
		组内 RSD %	4.28	0.8	1.18	7.17	0.85	1.2	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	3.20	3.04	3.16	3.05	3.11	3.03	2.27
		组内 RSD %	4.16	0.7	2.61	6.15	0.94	1.5	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	
SSXW10 乳制品（牛奶）	总膳食纤维	平均值 g/100g	1.56	1.49	1.52	1.54	1.55	1.46	2.53
		组内 RSD %	3.85	2.4	2.10	1.04	0.35	2.8	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	1.56	1.46	1.57	1.54	1.53	1.47	3.04
		组内 RSD %	4.37	3.1	2.03	1.13	0.35	3.0	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	
SSXW11 保健食品	总膳食纤维	平均值 g/100g	18.04	17.54	17.57	18.11	17.85	17.81	1.31
		组内 RSD %	1.77	0.5	2.91	1.05	0.49	1.4	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	10.00	10.47	9.89	10.53	10.00	10.29	2.65
		组内 RSD %	3.24	0.4	1.19	2.09	0.58	1.1	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	8.04	7.07	7.68	7.58	7.85	7.53	4.33
		组内 RSD %	1.87	1.5	7.41	4.44	0.94	1.9	

盲样编号及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6	组间 RSD %
SSXW12 特医食品（固体）	总膳食纤维	平均值 g/100g	5.66	5.73	5.63	5.78	5.53	5.51	1.90
		组内 RSD %	2.08	1.6	0.64	2.54	0.47	1.5	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	5.64	5.77	5.67	5.78	5.51	5.56	1.93
		组内 RSD %	3.42	1.8	0.95	2.84	0.55	1.4	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	
SSXW13 特医食品（液体）	总膳食纤维	平均值 g/100g	2.42	2.52	2.44	2.37	2.57	2.42	3.01
		组内 RSD %	3.94	1.2	1.22	3.32	0.65	2.1	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	2.41	2.54	2.49	2.37	2.56	2.39	3.29
		组内 RSD %	4.09	2.4	2.32	0.6	0.63	2.1	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	
SSXW14 抗性糊精原料）	总膳食纤维	平均值 g/100g	89.13	90.78	90.20	91.12	91.85	91.53	1.09
		组内 RSD %	0.96	0.5	0.97	0.72	0.90	1.0	
	可溶性膳食纤维	平均值 g/100g	89.12	90.73	91.92	91.12	91.78	91.49	1.13
		组内 RSD %	0.98	0.4	1.18	0.74	0.91	1.0	
	不溶性膳食纤维	平均值 g/100g	0	0	0	0	0	0	——
		组内 RSD %	——	——	——	——	——	——	

四、与国际同类标准技术内容的对比情况

国外 AOAC 2009.01 标准为食品中总膳食纤维的测定。AOAC 2011.25、AOAC 2017.16、AOAC 2022.01 标准，适用于食品中总膳食纤维、可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维的测定，适用范围较广，对含有抗性糊精的样品检测不具有专属性。AOAC 2001.03 适用于含低分子量抗性糊精食品中的总膳食纤维的测定，实施至今未进行修订工作，技术要求滞后。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准

本文件没有采用国际标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本文件与现行法律法规和强制性国家标准协调一致。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利问题。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

建议本文件发布 6 个月后实施，由归口单位组织行业相关单位积极开展宣贯工作。本标准自实施之日起，GB/T 22224-2008 自行废止。

十、其他应予说明的事项

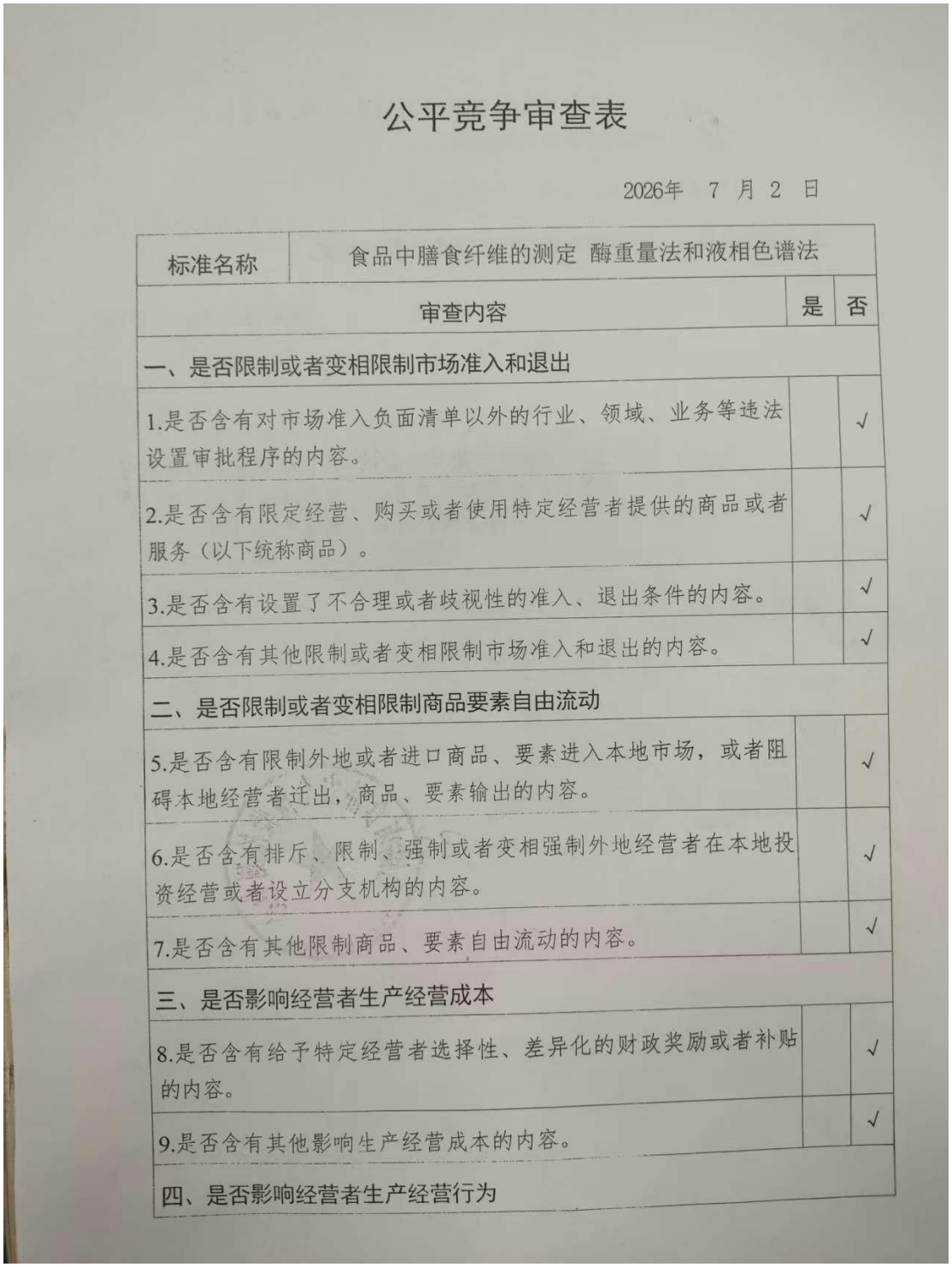
无。

标准起草组

2026 年 7 月 3 日

附件

表 10 公平竞争审查表



公平竞争审查表

2026年 7 月 2 日

标准名称	食品中膳食纤维的测定 酶重量法和液相色谱法		
审查内容		是	否
一、是否限制或者变相限制市场准入和退出			
1.是否含有对市场准入负面清单以外的行业、领域、业务等违法设置审批程序的内容。			√
2.是否含有限定经营、购买或者使用特定经营者提供的商品或者服务（以下统称商品）。			√
3.是否含有设置了不合理或者歧视性的准入、退出条件的内容。			√
4.是否含有其他限制或者变相限制市场准入和退出的内容。			√
二、是否限制或者变相限制商品要素自由流动			
5.是否含有限制外地或者进口商品、要素进入本地市场，或者阻碍本地经营者迁出，商品、要素输出的内容。			√
6.是否含有排斥、限制、强制或者变相强制外地经营者在本地投资经营或者设立分支机构的内容。			√
7.是否含有其他限制商品、要素自由流动的内容。			√
三、是否影响经营者生产经营成本			
8.是否含有给予特定经营者选择性、差异化的财政奖励或者补贴的内容。			√
9.是否含有其他影响生产经营成本的内容。			√
四、是否影响经营者生产经营行为			

10.是否含有强制或者变相强制经营者实施垄断行为，或者为经营者实施垄断行为提供便利条件的内容。		√
11.是否含有其他影响生产经营行为的内容。		√
五、是否适用《公平竞争审查条例》第十二条的规定。		√

	（如适用，请明确适用的具体情形、没有对公平竞争影响更小的替代方案的理由。）
审查结论	经审查，《食品中膳食纤维的测定 酶重量法和液相色谱法》推荐性国家标准符合《公平竞争审查条例》和《公平竞争审查条例实施办法》要求，建议予以通过。
起草单位主要负责人意见	同意 签字： 盖章