

Review

A review of current analytical methods for the determination of dietary fiber in food

Nguyen Nhu Thuong*, Vu Thi Trang, Do Thi Hong Thuy, Vu Thi Nhat Le

National Institute for Food Control, Hanoi, Vietnam

(Received: 06 Aug 2024; Revised: 12 Sep 2024; Accepted: 12 Sep 2024)

Abstract

Fiber benefits health and is an essential requirement in the body's daily diet. The definition of fiber has been evolving over the past 70 years. Initially, the definition of fiber focused only on plant cell walls (cellulose, hemicellulose, pectin, cutin, glycoprotein) and intracellular storage and secretion substances (gum, mucilage). More recently, the world has focused on resistant starch and oligosaccharides. The CODEX definition of dietary fiber includes all non-digestible carbohydrate polymers with a degree of polymerization of 3 or higher, provided that they benefit health. Fiber has many components, requiring the development of different methods to analyze components such as fructo-oligosaccharide, galacto-oligosaccharide, polydextrose, resistant maltodextrin, resistant starch, etc. A series of AOAC methods have been developed to explore different types of fiber, and these methods are still valid and widely used. For the analysis of total fiber content, the enzyme-mass method according to Prosky (AOAC 985.29) was considered the gold standard when it was first published. However, this method only determines a part of the fiber. When adding up the specific fiber components calculated from different methods, some types of fiber are double counting. Therefore, the method for determining total fiber is constantly updated and revised. The Enzymatic-Gravimetric-Liquid Chromatography method has been developed and can fully determine the components of dietary fiber; the newly published updated version is AOAC 2022.01.

Keywords: Dietary fiber, fiber analysis, food, review.

* Corresponding author: Nguyen Nhu Thuong (E-mail: nhuthuong.96@gmail.com)

Doi: <https://doi.org/10.47866/2615-9252/vjfc.4372>

Copyright © 2024 The author(s). This article is licensed under [CC BY-NC 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

Tổng quan về các phương pháp phân tích xơ tiêu hóa trong thực phẩm

Nguyễn Như Thương, Vũ Thị Trang, Đỗ Thị Hồng Thúy, Vũ Thị Nhật Lệ

Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Hà Nội, Việt Nam

Tóm tắt

Chất xơ đã được chứng minh là có lợi cho sức khỏe và là nhu cầu thiết yếu trong chế độ ăn hằng ngày của cơ thể. Định nghĩa về chất xơ liên tục cập nhật và thay đổi trong suốt 70 năm qua. Ban đầu, định nghĩa về chất xơ là các chất tạo thành vách tế bào (cellulose, hemicellulose, pectin, cutin, glucoprotein) và các chất dự trữ, bài tiết bên trong tế bào (gum, chất nhầy). Gần đây hơn, thế giới đang tập trung vào tinh bột kháng và oligosaccharide. Định nghĩa về chất xơ trong chế độ ăn uống của CODEX bao gồm tất cả các polyme carbohydrate không tiêu hóa được, có mức độ trùng hợp từ 3 trở lên với điều kiện là chúng phải có lợi cho sức khỏe. Chất xơ có nhiều thành phần đòi hỏi cần phát triển các phương pháp khác nhau để phân tích các thành phần như fructo-oligosaccharide, galacto-oligosaccharide, polydextrose, maltodextrin kháng, tinh bột kháng ... Các phương pháp AOAC đã được phát triển để phân tích các loại xơ khác nhau, các phương pháp này đều còn hiệu lực và đang được áp dụng rộng rãi. Để phân tích hàm lượng xơ tổng số, phương pháp enzyme, khối lượng theo Prosky (AOAC 985.29) được xem là tiêu chuẩn vàng khi mới ban hành. Tuy nhiên phương pháp này không xác định được đầy đủ các thành phần chất xơ theo định nghĩa mới. Xác định từng loại chất xơ theo từng phương pháp chuyên biệt và cộng lại để tính xơ tổng số sẽ dẫn đến một số thành phần xơ bị tính lặp lại. Do đó phương pháp xác định xơ tổng số liên tục được cập nhật và sửa đổi. Phương pháp enzyme – khối lượng – sắc ký đã được phát triển và có thể xác định đầy đủ các thành phần của chất xơ, phiên bản cập nhật mới được ban hành là AOAC 2022.01.

Từ khóa: Xơ tiêu hóa, phân tích xơ, thực phẩm, tổng quan.

1. GIỚI THIỆU

Các hạt ngũ cốc và chất xơ đã được biết đến là có lợi cho sức khỏe, vào năm 300 trước công nguyên đã có khuyến nghị về việc bổ sung chất xơ trong chế độ ăn [1]. Trong tự nhiên, chất xơ có nhiều trong ngũ cốc, rau, trái cây và các loại hạt. Hàm lượng và thành phần các loại xơ thay đổi khác nhau tùy theo loại thực phẩm. Chế độ ăn uống giàu chất xơ thường bổ sung ít năng lượng, chất béo nhưng giàu khối lượng và vi chất dinh dưỡng hơn. Thức ăn chứa nhiều chất xơ giúp lấp đầy dạ dày và mang lại cảm giác no trong khi năng lượng từ chất xơ thấp hơn đáng kể so với các thành phần khác trong thực phẩm. Thực phẩm không chứa tinh bột cung cấp tới 20 – 35 g chất xơ trên 100 g trọng lượng khô trong khi những thực phẩm chứa tinh bột cung cấp khoảng 10 g chất xơ trên 100 g trọng lượng khô. Ngũ cốc là một trong những nguồn cung cấp chất xơ chính, đóng góp khoảng 50% lượng chất xơ trong chế độ ăn ở các nước phương Tây. Trong khẩu phần ăn, 30 – 40% chất xơ đến từ rau, khoảng 16% từ trái cây và 3% đến từ các nguồn khác [2]. Hàm lượng xơ tổng số có trong một số loại thực phẩm được trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1. Hàm lượng xơ tổng số trong một số loại thực phẩm

Loại thực phẩm	Hàm lượng (g/100g)
Ngũ cốc	2,0 – 42
Các loại đậu	1,9 – 25,5
Các loại rau	0,6 – 16,6
Trái cây	0,5 – 3,4
Các loại hạt	6,0 – 22,3

2. ĐỊNH NGHĨA VÀ PHÂN LOẠI XƠ TIÊU HÓA

2.1. Định nghĩa

Thuật ngữ xơ tiêu hóa (Dietary fiber) được Hipsley giới thiệu lần đầu tiên vào năm 1953 để chỉ các thành phần không tiêu hóa được, tạo nên thành tế bào thực vật, bao gồm cellulose, hemicellulose và lignin [3]. Định nghĩa này được Trowell và cộng sự phát triển vào năm 1972 [4] và thay đổi năm 1976 [5], định nghĩa chất xơ dựa trên khả năng ăn được và khả năng chống tiêu hóa ở ruột non của con người. Theo đó chất xơ bao gồm các polysaccharide không tiêu hóa được như gôm, cellulose biến tính, chất nhầy và pectin [6]. Từ đó trở đi thuật ngữ xơ thô dần được thay thế bằng xơ tiêu hóa.

Theo định nghĩa của Codex [7], chất xơ (Dietary Fiber) là các polyme carbohydrate có ba hoặc nhiều đơn vị đơn chất, không bị thủy phân bởi các enzyme nội sinh trong ruột non của con người và thuộc trong các loại sau:

- + Polyme carbohydrate tự nhiên có trong sản phẩm thực phẩm.
- + Polyme carbohydrate được chiết xuất từ nguyên liệu thực phẩm bằng phương pháp vật lý, enzyme, hóa học.
- + Polyme carbohydrate tổng hợp.

Theo Viện hóa học Mỹ, chất xơ (Dietary Fiber) là những hợp chất kháng tiêu hóa và hấp thu ở ruột non nhưng có thể lên men ở ruột già. Thành phần xơ bao gồm polysaccharides, oligosaccharides như cellulose, hemicellulose, chất nhầy, beta-glucans, pectin, lignin, polydextrose, fructo-oligosaccardide, tinh bột kháng (Resistant Starch-RS) và dextrin [8].

Tinh bột thường được phân loại thành 3 dạng dựa trên tốc độ tiêu hóa, bao gồm tinh bột tiêu hóa nhanh, tinh bột tiêu hóa chậm và tinh bột kháng tiêu hóa (RS). Vào những năm 1980, tinh bột kháng được đề xuất và phân loại vào nhóm chất xơ không hòa tan vì nó không được tiêu hóa ở ruột non [8].

2.2. Phân loại

Chất xơ có thể được phân loại dựa theo cấu trúc và độ hòa tan của chúng. Trên cơ sở về độ hòa tan, xơ tiêu hóa được chia thành chất xơ hòa tan và chất xơ không tan. Chất xơ không tan chủ yếu bao gồm các thành phần của thành tế bào (ví dụ: cellulose, lignin, hemicellulose), trong khi chất xơ hòa tan bao gồm các polysaccharide không phải cellulose như pectin, gum...[9]. Chất xơ hòa tan có thể tiếp tục chia nhỏ thành xơ hòa tan tan trong dung dịch còn 78% và chất xơ hòa tan không tan trong dung dịch còn 78%. Các thuật ngữ về chất xơ được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2. Các thuật ngữ dùng trong phân tích xơ tiêu hóa [6]

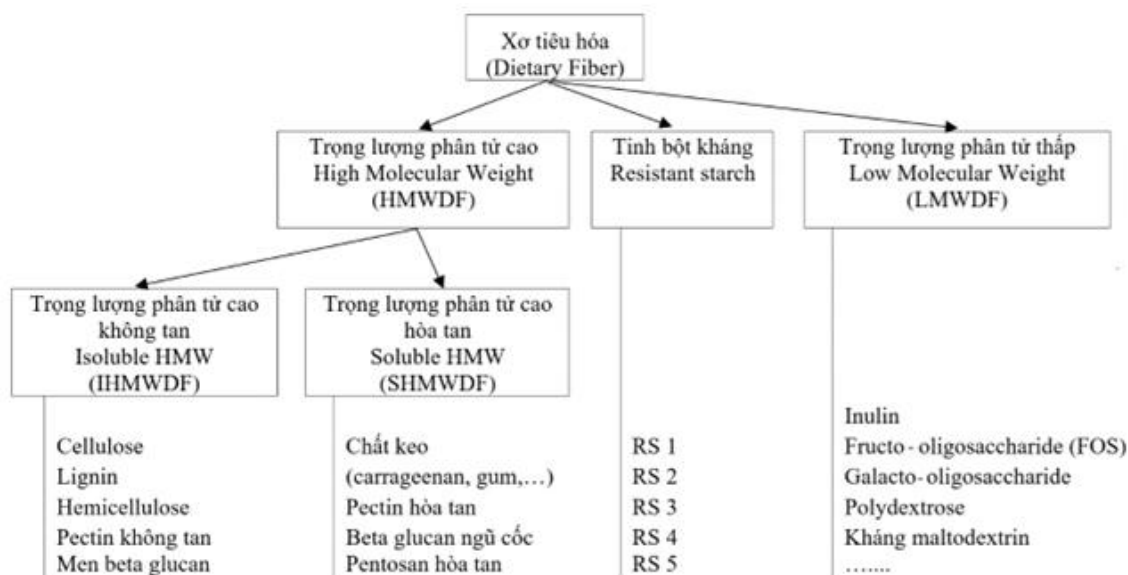
Loại chất xơ	Chú thích
TDF	Chất xơ tổng (Total dietary fiber) $TDF = HMWDF (IDF + SDFP) + SDFS$
IDF	Xơ không tan (Insoluble dietary fiber) $IDF = IHMWDF (Insoluble high molecular weight dietary fibres)$
HMWDF	Chất xơ có trọng lượng phân tử cao (Higher molecular weight dietary fiber) $HMWDF = IHMWDF + SHMWDF$
SDFP	Chất xơ hòa tan trong nước nhưng không tan trong dung dịch cồn 78% $SDFP = SHMWDF (Soluble high molecular weight dietary fiber)$
SDFS	Chất xơ hòa tan trong nước đồng thời tan trong dung dịch cồn 78% $SDFS = LMWDF = NDO$ NDO: Oligosaccharide kháng tiêu hóa: non-digestible oligosaccharides LMWDF: Low molecular weight dietary fibres

Carbohydrate mạch ngắn

Carbohydrate không tiêu hóa được với bậc trùng hợp từ 3 đến 9 được coi là các oligosaccharide trong quá khứ. Lầy inulin làm ví dụ, carbohydrate tan trong nước này có từ 2 đến 60 đơn vị fructose, có thể ở dạng oligosaccharide hoặc dạng polysaccharide. Inulin được lên men ở cuối ruột non và trong đại tràng, nơi sản xuất các acid béo chuỗi ngắn. Các acid béo chuỗi ngắn này có thể hỗ trợ sự phát triển của một số vi khuẩn có lợi như *Bifidobacteria*, do đó tăng cường sức khỏe đường ruột [9]. Các oligosaccharide có đầy đủ tính chất của một chất xơ, nên năm 2009 Codex đã bổ sung nhóm carbohydrate chuỗi ngắn (DP 3-9) vào định nghĩa chất xơ.

Tinh bột kháng tiêu hóa

Tinh bột thường được phân loại thành 3 dạng dựa trên tốc độ tiêu hóa, bao gồm tinh bột tiêu hóa nhanh, tinh bột tiêu hóa chậm và tinh bột kháng tiêu hóa (RS). Vào những năm 1980, tinh bột kháng được đề xuất và phân loại vào nhóm chất xơ không hòa tan vì nó không được tiêu hóa ở ruột non [9]. Tinh bột kháng được chia thành các nhóm nhỏ dựa trên cấu trúc cũng như tính chất của chúng. Tinh bột kháng nhóm 1 (RS1) là loại tinh bột không thể tiếp cận với các enzyme tiêu hóa do rào cản vật lý được hình thành bởi tế bào và nền protein, tinh bột kháng nhóm 1 có trong thành phần bánh mì, hạt và đậu. Tinh bột kháng nhóm 2 (RS2) là loại tinh bột được bảo vệ khỏi quá trình tiêu hóa do cấu trúc tinh thể của chúng. Tinh bột nhóm 2 thường có trong khoai tây, chuối ... Tinh bột nhóm 3 (RS3) là các tinh bột được tạo ra bởi quá trình thoái hóa ngược, ví dụ như tinh bột khoai tây sau khi bị nấu chín và để nguội sẽ tạo thành dạng tinh thể và giúp chúng chống lại được quá trình tiêu hóa. Tinh bột kháng nhóm 4 (RS4) là loại tinh bột biến đổi hóa học, được hình thành bằng cách liên kết chéo, ester hóa một phần hoặc ester hóa. Tinh bột kháng nhóm 5 (RS5) là tinh bột được biến đổi cấu trúc và kết hợp với chất béo để chống lại sự tiêu hóa [10]. Nhóm tinh bột kháng tiêu hóa không tan trong nước và nằm trong nhóm chất xơ không tan. Hình 1 trình bày phân loại chất xơ theo thành phần cấu tạo.



Hình 1. Phân loại chất xơ theo thành phần cấu tạo

3. TÁC ĐỘNG CỦA CHẤT XƠ ĐẾN SỨC KHỎE CON NGƯỜI

Các khuyến nghị về chế độ ăn uống và mức tiêu thụ chất xơ được báo cáo rất khác nhau giữa các quốc gia và thay đổi phụ thuộc theo độ tuổi. Mức khuyến nghị tiêu thụ chất xơ và giá trị tiêu thụ trung bình cho người trưởng thành của các quốc gia được trình bày trong Bảng 3.

Bảng 3. Khuyến nghị bổ sung chất xơ theo quốc gia [11]

Quốc gia/Tổ chức	Giới tính	Lượng khuyến nghị (g/ngày)	Lượng tiêu thụ trung bình (g/ngày)	Cơ quan ban hành khuyến nghị
Hoa Kỳ và Canada	Nam	38	16,5-19,4	Viện Hàn lâm Khoa học Quốc gia Hoa Kỳ (IOM)
	Nữ	25	12-15	
Pháp	Nam	30	21	Cơ quan An toàn Thực phẩm Pháp (ANSES)
	Nữ	25	17	
Đức	Nam	30	24	Hiệp hội Dinh dưỡng Đức
	Nữ	30	21	
Nhật Bản	Nam	30	17	Bộ Y tế Nhật Bản
	Nữ	25	17	
Vương quốc Anh	Nam	18	15,2	Bộ Y tế Vương quốc Anh
	Nữ	18	12,6	
FAO/WHO	Nam	>25		WHO/FAO
	Nữ	>20		

Chất xơ đã được công nhận là một nhu cầu dinh dưỡng thiết yếu đối với cơ thể con người. Nhiều công bố đã khẳng định chất xơ trong chế độ ăn uống có liên quan trực tiếp đến nhiều lợi ích sức khỏe như kiểm soát cân nặng, ngăn ngừa táo bón, ổn định đường huyết, giảm mức cholesterol, ngăn ngừa một số loại ung thư ở đường ruột... Mặc dù vậy, Bảng 3 đã chỉ ra tại tất cả các nước trong nghiên cứu của K.B Miller [11], lượng chất xơ từ chế độ ăn uống của chúng ta đang thấp hơn đáng kể so với lượng khuyến nghị hàng ngày (khoảng 35 g).

Vai trò của chất xơ với sức khỏe tim mạch: Lượng chất xơ ăn vào cao có liên quan đến tỷ lệ mắc bệnh tim mạch vành, đột quỵ và bệnh mạch máu ngoại vi thấp hơn đáng kể. Các nghiên cứu đoàn hệ tương lai đã chỉ ra rằng việc ăn nhiều chất xơ, đặc biệt là từ ngũ cốc nguyên hạt, liên quan đến nguy cơ mắc bệnh tim mạch vành thấp hơn rõ rệt. 7 nghiên cứu đoàn hệ quan sát đối với hơn 158.000 cá nhân cho thấy tỷ lệ mắc bệnh mạch vành thấp hơn đáng kể (29%) ở những người có lượng chất xơ hấp thụ cao so với những người có lượng tiêu thụ thấp [12].

Vai trò của chất xơ với phòng và kiểm soát bệnh tiểu đường: Lượng chất xơ cao đã được chứng minh là liên quan đến việc giảm đáng kể nguy cơ mắc bệnh tiểu đường, theo các nghiên cứu dịch tễ học đoàn hệ tương lai. Chất xơ giúp làm chậm quá trình tiêu hóa tinh bột, giữ cho glucose ở dạ dày lâu hơn, tạo cảm giác no lâu và làm giảm tốc độ hấp thu glucose vào máu. Điều này giúp duy trì mức đường huyết ổn định, tránh tăng đột ngột. Do đó, việc tăng cường chất xơ trong chế độ ăn là rất quan trọng cho người mắc bệnh tiểu đường, hỗ trợ hiệu quả trong việc kiểm soát bệnh [12].

Vai trò của chất xơ với phòng và kiểm soát bệnh béo phì: Chất xơ đóng vai trò quan trọng trong dinh dưỡng của con người, giá trị năng lượng trung bình của chất xơ là 2 kcal/g, thấp hơn đáng kể so với các thành phần khác có trong thực phẩm như carbohydrate (4 kcal/g), protein (4 kcal/g), chất béo (9 kcal/g) [13]. Khẩu phần ăn nhiều chất xơ sẽ ít năng lượng nhưng lại tạo cảm giác no, làm giảm thêm ăn đồng thời ngăn cản hấp thu các chất béo, do đó hỗ trợ việc giảm cân đối với người bị béo phì.

4. PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH XƠ TIÊU HÓA

4.1. Phân tích thành phần xơ cụ thể

Fructan

Fructan bao gồm các phân tử polyme fructose có chứa glucose. Tùy thuộc vào độ dài chuỗi mạch mà chia thành Inulin hay fructo-oligosaccharide, Inulin có chuỗi mạch dài từ 10 – 60 đơn vị fructose còn FOS là chuỗi mạch ngắn từ 3 – 10 đơn vị fructose. Fructan được định lượng bằng phương pháp enzyme. Fructan được chiết tách khỏi mẫu bằng nước nóng, các thành phần không phải fructan như sucrose, lactose, tinh bột được thủy phân bằng enzyme đặc hiệu thành đường đơn và chuyển thành dạng polyol bằng borohydride kiềm. Fructan có trong mẫu sau đó được thủy phân bằng enzyme fructanase thành fructose và glucose. Các loại đường này có thể phân tích trực tiếp trên thiết bị sắc ký trao đổi ion hoặc được xác định theo phương pháp tạo dẫn xuất với p-hydroxybenzoic acid hydrazide (PAHBAH) rồi đo quang. Phương pháp sắc ký ion yêu cầu hệ thống sắc ký trao đổi ion kết

nối với detector xung ampe do đó ít phổ biến. Phương pháp đo quang được sử dụng phổ biến hơn, yêu cầu cũng đơn giản hơn. Tùy thuộc vào nền mẫu mà fructan được xác định qua các phương pháp AOAC 997.08 [14], AOAC 999.03, AOAC 2016.14 [15] hoặc AOAC 2018.07 [16].

Galacto-oligosaccharide (GOS)

Galacto-oligosaccharide (GOS) có cấu trúc hóa học là chuỗi liên kết giữa galactose và lactose. GOS đóng vai trò là nguồn dinh dưỡng cho các vi khuẩn có lợi trong đường ruột, hỗ trợ bảo vệ hệ tiêu hóa và tăng cường quá trình hấp thu dưỡng chất. GOS có trong mẫu thực phẩm được định lượng bằng phương pháp enzyme. GOS được chiết tách khỏi mẫu bằng đệm phosphate ở 80°C. Các thành phần không phải GOS được thủy phân bằng enzyme amyloglucosidase, GOS được thủy phân đặc hiệu bằng enzyme β -galactosidase tạo thành galactose và lactose sau đó xác định bằng sắc ký trao đổi ion kết hợp detector xung ampe HPAEC-PAD theo AOAC 2001.02 [17] hoặc sắc ký lỏng kết nối với detector huỳnh quang UHPLC-FLD theo AOAC 2021.01 [18].

Polydextrose

Polydextrose là một polyme được tổng hợp từ các phân tử glucose, thường được bổ sung trong các sản phẩm bánh, kẹo, đồ uống với chức năng giữ ẩm, ổn định, tăng độ ngọt của sản phẩm. Polydextrose có trong thực phẩm được định lượng theo phương pháp enzyme. Polydextrose được chiết ra khỏi thực phẩm bằng nước nóng, sau đó ly tâm. Lọc phần nổi phía trên qua bộ siêu lọc, ly tâm để loại bỏ các chất gây nhiễu có khối lượng phân tử cao. Dịch lọc được xử lý bằng hỗn hợp enzyme (isoamylase, amyloglucosidase và fructanase) để loại bỏ các chất gây nhiễu oligosaccharide, chủ yếu là malto-oligomer và fructan. Chuẩn polydextrose được xử lý theo cùng một cách sau đó phân tích trên thiết bị sắc ký trao đổi ion kết nối với detector xung ampe HPAEC-PAD [19].

Tinh bột kháng (Resistant starch)

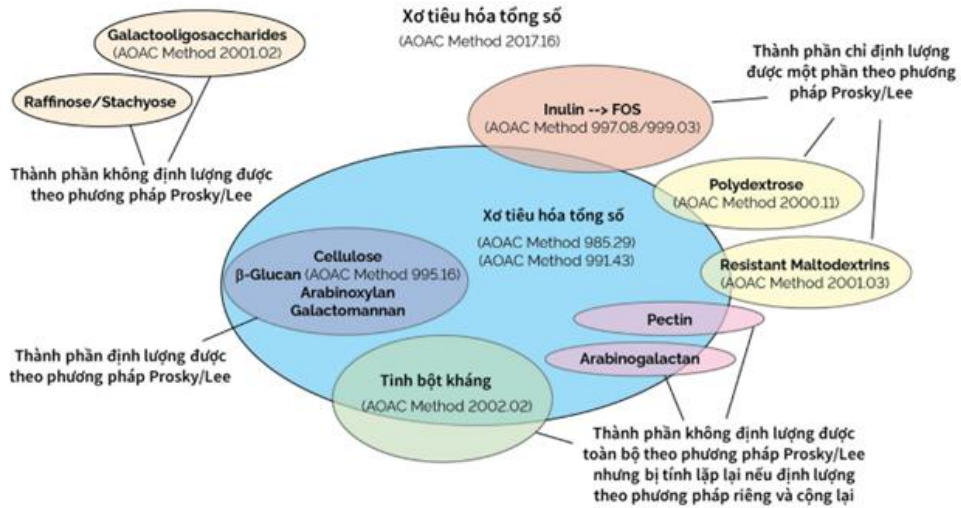
Tinh bột kháng là phần tinh bột không bị phân hủy bởi enzyme tiêu hóa trong ruột non. Tinh bột không kháng được hòa tan và phân hủy thành glucose bởi sự kết hợp của enzyme α -amylase và amyloglucosidase (AMG) trong 16 giờ ở nhiệt độ 37°C. Tinh bột kháng được thu hồi dưới dạng cặn sau quá trình ly tâm sau đó được hòa tan trong dung dịch potassium hydroxide, trung hòa bằng dung dịch acetat và sau đó được phân hủy hoàn toàn thành glucose bằng AMG. Glucose được xác định theo phương pháp glucose oxidase-peroxidase (GOPOD) theo AOAC 2002.02 [20, 21].

β -glucan

β -glucan thuộc nhóm chất xơ hòa tan trong nước được tạo ra từ các phân tử D-glucose liên kết với nhau qua liên kết β -glycoside, tạo thành thành phần tự nhiên của thành tế bào vi khuẩn, nấm, nấm men và ngũ cốc như yến mạch và lúa mạch [22]. Phương pháp AOAC 995.16 mô tả phương pháp định lượng β -glucan có cấu trúc hỗn hợp (1-3,1-4)- β -D-glucan trong mẫu thử. Các mẫu thử nghiệm được chiết xuất trong dung dịch đệm có pH 6,5. Sau đó, các chiết xuất được ủ với hỗn hợp enzyme lichenase và β -glucosidase để thủy phân hoàn toàn β -glucan thành β -D-glucose. Lượng glucose sinh ra tiếp tục phản ứng oxy hóa khử với hỗn hợp thuốc thử glucose oxidase/peroxidase. Độ hấp thụ của sản phẩm màu tạo thành được đo ở 510 nm và β -glucan được tính toán từ lượng glucose tạo thành sau phản ứng thủy phân [22, 23].

4.2. Phân tích hàm lượng xơ tổng

Từ những năm 1970, các phương pháp phân tích kết hợp để xác định hàm lượng xơ tổng số đã được phát triển và liên tục cập nhật. Thông tin về hàm lượng chất xơ được lưu trữ trong cơ sở dữ liệu dinh dưỡng và được sử dụng trong ghi nhãn thực phẩm. Các thành phần chất xơ phân tích được theo từng phương pháp được trình bày tóm tắt trong Hình 2.



Hình 2. Thành phần chất xơ phân tích được theo các phương pháp AOAC 962.09 và AOAC 978.10

Xuất phát từ định nghĩa chất xơ của Hipsley, AOAC 962.09 và AOAC 978.10 xác định hàm lượng chất xơ có trong mẫu bằng cách xử lý mẫu với acid sulfuric loãng sôi. Cặn sau đó được tách bằng cách lọc, rửa và tiếp tục xử lý với natri hydroxide sôi để loại các chất dễ tiêu hóa và các chất hữu cơ khác. Hàm lượng xơ thô có trong mẫu là chênh lệch khối lượng của mẫu đã xử lý trước và sau khi tro hóa [24, 25]. Phương pháp này chỉ xác định được hàm lượng xơ thô.

AOAC 985.29 và AOAC 991.43

Còn được gọi là “phương pháp Prosky,” được coi là phương pháp cổ điển trong xác định hàm lượng xơ tổng số. AOAC 985.29 sử dụng phương pháp thủy phân bằng các enzyme α -amylase, protease và amyloglucosidase thay cho việc chỉ thủy phân bằng acid sulfuric và potassium hydroxide. Phương pháp này không xác định được hàm lượng của các chất xơ có trọng lượng phân tử thấp (LMWDF) cũng như hầu hết các loại tinh bột kháng (trừ RS3) [26]. Phương pháp sau đó được mở rộng để xác định đầy đủ hơn các thành phần chất xơ hòa tan và không hòa tan trong thực phẩm (AOAC 991.43 và AOAC 2001.03) bao gồm các oligosaccharide không tiêu hóa (non-digestible oligosaccharides) [27, 28].

AOAC 2009.01 và AOAC 2011.25

McCleary và cộng sự tiếp tục phát triển phương pháp định lượng được chất xơ mang lại kết quả chính xác hơn. Phương pháp sau đó được tối ưu về điều kiện sắc ký và phiên bản cập nhật tiếp theo là AOAC 2011.25. Phương pháp sau đó được Codex, Cục Quản lý Thực phẩm và Dược phẩm Hoa Kỳ và các cơ quan quản lý thực phẩm trên toàn thế giới công nhận

là phương pháp tham chiếu để xác định hàm lượng xơ tiêu hóa tổng số (TDF) trong thực phẩm và thành phần thực phẩm. Phương pháp vẫn sử dụng hỗn hợp enzyme α -amylase, protease và amyloglucosidase thủy phân ở 37°C trong 16 giờ. Các chất xơ hòa tan được xác định bằng sắc ký lỏng kết nối với detector khúc xạ HPLC-RID, sử dụng nội chuẩn D-sorbitol và cột phân tích Waters SUGAR-PAK [28, 29]. Khi áp dụng AOAC 2009.01 [30] cũng như AOAC 2011.25 [31], một phần các chất xơ có trọng lượng phân tử thấp đã có thể phân tích được theo phương pháp này, tuy nhiên ở nhóm oligosaccharide có bậc trùng hợp thấp DP2, DP3 của FOS và GOS không thể tách khỏi nhau khi phân tích trên cột Waters Sugar-Pak [32].

AOAC 2017.16 và AOAC 2022.01

McCleary và cộng sự tiếp tục xây dựng phương pháp phù hợp hơn với các định nghĩa về chất xơ đã ban hành. Thời gian thủy phân enzyme α -amylase, protease và amyloglucosidase cũng được rút ngắn từ 16 giờ thành 4 giờ, giống với thời gian thức ăn lưu giữ ở ruột non của quá trình tiêu hóa bình thường [7]. Do sorbitol vẫn xuất hiện trong các sản phẩm thực phẩm, phương pháp thay đổi nội chuẩn sorbitol thành glycerol đồng thời sử dụng 2 cột TSK gel G2500PW_{XL} cho phép tách hoàn toàn DP2, DP3 của FOS và GOS [7, 33]. Tuy nhiên việc sử dụng hai cột sắc ký có thể làm tăng chi phí của quá trình phân tích, đồng thời gây khó khăn trong việc triển khai ở các cơ sở phân tích cấp thấp hơn (Bảng 4).

Bảng 4. Tổng hợp các phương pháp phân tích xơ tổng số theo AOAC

Phương pháp phân tích	Xơ hòa tan				Hạn chế	
	Xơ tổng số		Xơ không tan		Sai số âm	Sai số dương
	HMWDF	SDFS	SDFP	IDF		
AOAC 985.29	•				Không định lượng được	RS4
AOAC 991.43			•	•	RS2, RS3, NDO	
AOAC 2009.01	•	•			Không định lượng được	Maltodextrin kháng tiêu hóa
AOAC 2011.25		•	•	•	RS2, RS4, FOS	
AOAC 2017.16	•	•				
AOAC 2022.01		•	•	•	-	-

5. KẾT LUẬN

Với sự đa dạng về thành phần chất xơ trong các sản phẩm thực phẩm, việc lựa chọn phương pháp để kiểm nghiệm chất xơ cho phù hợp là rất cần thiết để giảm chi phí phân tích.

Các sản phẩm tự nhiên không bổ sung xơ hòa tan GOS, FOS, polydextrose có thể phân tích theo AOAC 991.43, các sản phẩm thực phẩm bổ sung biết rõ thành phần xơ chỉ cần chọn đúng phương pháp phân tích thành phần đó. Phương pháp AOAC 2022.01 phù hợp để xác định hàm lượng chất xơ trong các mẫu không biết rõ thành phần, phương pháp mô phỏng điều kiện thủy phân thực phẩm sát với quá trình tiêu hóa ở ruột non cũng như xác định được đầy đủ các thành phần chất xơ theo định nghĩa của Codex.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. R.Korczak and J. L.Slavin, "Definitions, regulations, and new frontiers for dietary fiber and whole grains," *Nutrition reviews*, 78(Supplement_1), pp. 6-12, 2020.
- [2]. D.Dhingra, M.Michael, H.Rajput, and R. T.Patil, "Dietary fibre in foods: a review," *Journal of food science and technology*, 49, pp. 255-266, 2012.
- [3]. E. H.Hipsley, "Dietary "fibre" and pregnancy toxemia," *Br Med J*, 2(4833), pp. 420-422, 1953.
- [4]. H.Trowell, "Crude fibre, dietary fibre and atherosclerosis," *Cabi Digital Library*, 138-140, 1972.
- [5]. H.Trowell, D.T.Southgate, T.S.Wolever, et al, "Dietary fibre redefined," *The Lancet*, 307(7966), p. 967, 1976.
- [6]. B.V.McCleary, and J.Cox, "Evolution of a definition for dietary fiber and methodology to service this definition," *Luminacoids Res*, 21, pp. 9-21, 2017.
- [7]. B.V.M.Cleary, N.Ames, J.Cox, et al, "Total dietary fiber (CODEX definition) in foods and food ingredients by a rapid enzymatic-gravimetric method and liquid chromatography: Collaborative study, first action 2017.16," *Journal of AOAC International*, 102(1), pp. 196-207, 2019.
- [8]. B.V.McCleary, J.Cox, R.Ivory, and E.Delaney, "Definition and analysis of dietary fiber in grain products," *Royal society of chemistry*, 2018.
- [9]. F.J.Dai and C.F.Chau, "Classification and regulatory perspectives of dietary fiber," *Journal of food and drug analysis*, 25(1), pp. 37-42, 2017.
- [10]. A.P.Nugent, "Health properties of resistant starch," *Nutrition Bulletin*, 30(1), pp. 27-54, 2005.
- [11]. K.B.Miller, "Review of whole grain and dietary fiber recommendations and intake levels in different countries," *Nutrition Reviews*, 78(Supplement_1), pp. 29-36, 2020.
- [12]. J.W.Anderson, P.Baird, R.H.Davis Jr, et al, "Health benefits of dietary fiber," *Nutrition reviews*, 67(4), pp. 188-205, 2009.
- [13]. Nguyen Cong Khan and Ha Thi Anh Dao, "Table of Vietnamese food ingredients," *Medical Publishing House one member Company Limited*, 2007.

- [14]. R.Andersen and A.Sørensen, "An enzymatic method for the determination of fructans in foods and food products: Comparison of the results by high performance anion exchange chromatography with pulsed amperometric detection," *European Food Research and Technology*, 210, pp. 148-152, 1999.
- [15]. V.Spichtig, S.Austin, K.Brunst, J.Van Soest, and P.Sanders, "Determination of Fructans in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula by Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection after Enzymatic Treatment: Collaborative Study, Final Action 2016.14," *Journal of AOAC International*, 103(5), pp. 1301-1317, 2020.
- [16]. B.V.McCleary, L.M.Charmier, V.A.McKie, et al, "Determination of fructan (inulin, FOS, levan, and branched fructan) in animal food (animal feed, pet food, and ingredients): single-laboratory validation, first action 2018.07," *Journal of AOAC International*, 102(3), pp. 883-892, 2019.
- [17]. J.D.Slegte, "Determination of trans-galactooligosaccharides in selected food products by ion-exchange chromatography: collaborative study," *Journal of AOAC international*, 85(2), pp. 417-423, 2002.
- [18]. D.Cuany, F.Andetsion, X.Fontannaz, et al, "Determination of β -Galactooligosaccharides (GOS) in Infant Formula and Adult Nutritionals: Single-Laboratory Validation, First Action 2021.01," *Journal of AOAC International*, 105(1), pp. 142-158, 2022.
- [19]. J.Rohrer, "Determination of Polydextrose in Foods by AOAC Method 2000.11," 2016.
- [20]. B.V.McCleary and D.A.Monaghan, "Measurement of resistant starch," *Journal of AOAC International*, 85(3), pp. 665-675, 2002.
- [21]. B.V.McCleary, M.McNally, and P.Rossiter, "Measurement of resistant starch by enzymatic digestion in starch and selected plant materials: collaborative study," *Journal of AOAC International*, 85(5), pp. 1103-1111, 2002.
- [22]. Tran Hung Son, "A review of current analytical methods for the determination of prebiotics in foods," *Research Article*, 2021.
- [23]. B.V.McCleary, D.C.Mugford, M.C.Camire, et al, "Determination of β -glucan in barley and oats by streamlined enzymatic method: Summary of collaborative study," *Journal of AOAC International*, 80(3), pp. 580-583, 1997.
- [24]. N.Thiex, "Evaluation of analytical methods for the determination of moisture, crude protein, crude fat, and crude fiber in distillers dried grains with solubles," *Journal of AOAC international*, 92(1), pp. 61-73, 2009.

- [25]. R.Rodríguez, A.Jimenez, J.Fernández-Bolanos, R.Guillen, and A.Heredia, "Dietary fibre from vegetable products as source of functional ingredients," *Trends in food science & technology*, 17(1), pp. 3-15, 2006.
- [26]. N.G.Asp, "Development of dietary fibre methodology," *Advanced dietary fibre technology*, pp. 77-88, 2000.
- [27]. B.Ferjančič, M.Skrt, M.Korošec, and J.Bertoncelj, "Comparative analysis of dietary fibre determination by AOAC 991.43 and AOAC 2011.25 for frequently consumed foods in Slovenia," *Food Chemistry*, 397, p. 133753, 2022.
- [28]. E.D.C.Tobaruela, A.D.O.Santos, L.B.de Almeida-Muradian, et al, "Application of dietary fiber method AOAC 2011.25 in fruit and comparison with AOAC 991.43 method," *Food chemistry*, 238, pp. 87-93, 2018.
- [29]. K.Brunst and P.Sanders, "Improvement of the AOAC 2009.01 total dietary fibre method for bread and other high starch containing matrices," *Food chemistry*, 140(3), pp. 574-580, 2013.
- [30]. B.V.McCleary, N.Sloane, A.Draga, and I.Lazewska, "Measurement of total dietary fiber using AOAC Method 2009.01 (AACC International Approved Method 32-45.01): evaluation and updates," *Cereal Chemistry*, 90(4), pp. 396-414, 2013.
- [31]. B.V.McCleary, J.W.DeVries, J.I.Rader, et al, "Determination of insoluble, soluble, and total dietary fiber (CODEX definition) by enzymatic-gravimetric method and liquid chromatography: collaborative study," *Journal of AOAC International*, 95(3), pp. 824-844, 2012.
- [32]. B.V.McCleary, "Measurement of dietary fiber: Which AOAC Official Method of Analysis SM to use," *Journal of AOAC International*, 106(4), pp. 917-930, 2023.
- [33]. B.V.McCleary and C.McLoughlin, "Determination of Insoluble, Soluble, and Total Dietary Fiber in Foods Using a Rapid Integrated Procedure of Enzymatic-Gravimetric-Liquid Chromatography: First Action 2022.01," *Journal of AOAC International*, 106(1), pp. 127-145, 2023.