

脂肪的热数值：DSC 分析或滴点测定？

原作：Dr. B. Benzler, Applicationslabor METTLER TOLEDO, Giessen

许多用于制药工业和食品工业中纯的原料可以用测定熔点来进行常规分析和表征。然而，对食用油、脂肪和蜡，情形大不相同

一、热数值

组成可变和具有不同结晶变体的产品，不能有效地用单一热数值(例如熔点)来表征。尽管如此，已经开发了一系列获得热数值的不同方法，能在常规分析中方便地测试。这些热数值(如软化点、滴点、滴熔点、Wiley和Ubbelohde熔点等)至少可用于比较用途。

二、DSC

DSC分析(这里是说当以线性速率升高样品温度时测试所吸收的热量)有着许多的应用。现在的应用不再只是测定温度值，而是整个记录发生在测试温度范围内一切热效应的完整测试曲线。DSC技术能够对食用油、脂肪和蜡进行细致得多的比较和表征。但是从这样复杂的测试曲线得来的数据能否转换成最终为比较性评估和作为表征值所要求的数值吗？常用的一个方法是测定一定温度区间的测试曲线和仪器基线之间的面积。然后算出这些面积占熔融曲线下全部面积的百分数并以表格式列出结果。在文献中，用上述方法获得的数值称为液体分数(LF Liquid Fraction)或固体脂肪指数。

三、比较DSC - 热数值

为了获得不同来源数据的一致性结果，能否将不同方法得到的结果关联起来呢？从原理上说是不能的，因为它们实际上测试的是非常不同的性能。在滴熔点和滴点方法中，除了真正物理学上的熔点，依赖于温度的样品粘度也起着重要作用。而DSC测试的只是熔化结晶体所需要的热量。下表所列是用两种方法测试5个脂肪样品得到的结果比较。滴点温度用梅特勒-托利多FP900系列的FP83测试单元测定。DSC结果用配备有内置式冷却器的梅特勒-托利多DSC测试单元测定，所示温度为样品熔融95%时的值。

脂肪样品	滴点温度, °C	LF95%时的温度, °C
1#	29.2	29.3
2#	38.1	39.8
3#	43.7	43.9
4#	49.6	52.1
5#	54.7	53.5

滴点温度与95%熔融时温度(DSC)的比较表

四、样品的制备和测试

可重复的样品制备对上述测试极为重要。对于滴点测试，脂肪先在65°C下完全熔化，用移液管加入标准样品杯中(约0.5ml)。然后在室温下冷却1小时，再放入冰箱的冷冻室放置12小时。对DSC测试，用移液管将约10 μ l的液体脂肪样品加入标准铝坩埚，样品预处理结合在DSC测试程序中，设定先以5K/min的速率从60°C冷却至-30°C，然后以同样的速率从-30°C升温至60°C。典型的测试结果示于图1，图中上半部为DSC升温曲线，对宽而复杂的熔融曲线面积积分求取总的熔融热。在图中的下半部的连续变化曲线为任意温度时样品的熔融百分数，表格式数据为一定温度间隔时的值。样品被冷却至其结晶温度

的速率影响晶体的多晶态：冷却得越快，稳定部分(高温熔融部分)越少。5K/min冷却速率是较好的选择，测试时间较短，过冷又不太大。

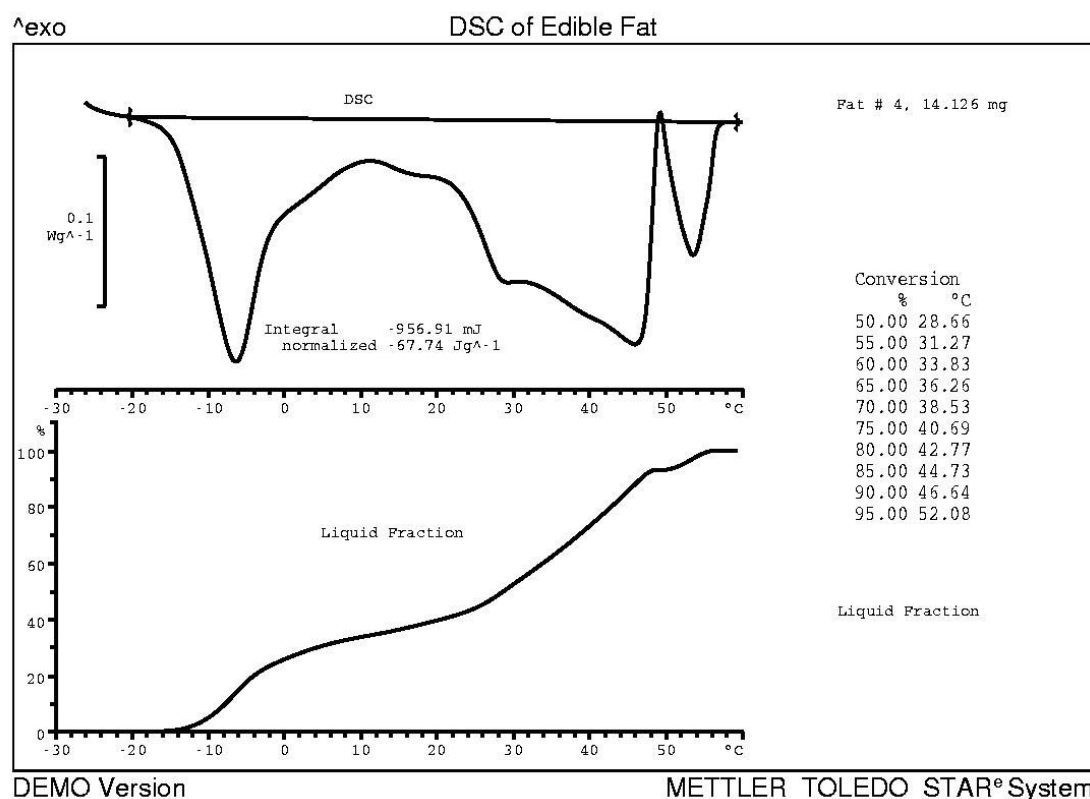


图1：图中上半部的DSC曲线为一个脂肪样品的复杂熔融过程，其熔融热为67.7J/g。图的下半部为任意温度时样品的熔融百分数，曲线所示为0-100%的连续变化值，表格数据为50和95%之间一定温度间隔时的值。

五、结论

从测试和确定结果两方面来看，用滴点表征脂肪和油的优点是简单。FP83HT测量单元自动测定滴点，因而测试者根本不需要自己参与计算什么。唯一的短处是这单一的值只能在有限程度上描述油和石蜡类的复杂熔融行为。

但是DSC分析可提供有关组成及其相关性能与温度之间的许多信息。虽然储存的计算方法(EvalMacro)一般能从测试曲线自动计算所要求的数值，但常常需要测试者作严格的检查和必要的修正。对两种测试方法，样品制备必须严格，这样才能得到重复的结果。对于熔融脂肪的结晶(温度和时间)更是如此。