



使用功率补偿式 DSC表征曲奇饼干 中的脂肪

引言

差示扫描量热法（DSC）是一种实用型的食品表征技术，具体应用范围包括：

- 淀粉的糊化与老化（回生）行为
- 可可脂和巧克力中脂肪的多晶型现象
- 水分含量或吸收水分的影响
- 老化效应
- 蛋白质变性
- 脂肪含量或固体脂肪指数(SFI)的测定

食品脂肪的加工和处理行为取决于食品中所含固体和液体脂肪的比例。食品脂肪的很多流变学和流动性质，及其对最终产品质感的影响，都与这一脂肪比例指数有着密切的联系。

出于健康的考虑，特别是对食品中固体脂肪、饱和脂肪与反式脂肪的关注，关于食品脂肪类型和含量的研究也越来越重要。食品中所含脂肪种类多样，固体脂肪含量各不相同。例如，奥利奥（Oreo®）曲奇饼干就分普通和低脂两种类型。也有类似于奥利奥但是不含固体氢化脂肪的曲奇饼干。

食品中所含脂肪的性质特点使得用DSC对其进行完整表征是非常复杂的。每一种脂肪又存在多种融化形式，使得问题更加复杂。一种多晶形态就是一种不稳定的融化形式，可以通过加工过程进行控制。为了获得所需的特定的脂肪质地，有时候需要不同的多晶形态。

对食品中的脂肪进行成功地分析要求DSC具有较高的灵敏度和分辨率。分辨能力对于区分脂肪及其可能的多晶形态的玻璃化转变 (T_g) 和融化过程是非常重要的。PerkinElmer公司的功率补偿式DSC兼具最佳分辨率和灵敏度的，是研究脂肪样品的得力工具。

功率补偿式DSC

功率补偿型原理或双炉体结构设计的DSC是表征食品和脂肪理想的分析设备。重量极小的炉体不仅可以降低炉体的热惯量，而且也赋予了仪器极快的响应速率，是市售DSC仪器中性能最好的DSC仪器之一。在所有的市售DSC仪器中，功率补偿式DSC可以实现最佳的峰值测定，对重叠峰进行分离。功率补偿式DSC使用两个独立控制、重量极小（约1克）的炉体。炉体重量很小可以降低热惯性，加快DSC响应时间，这对于高分辨测试是非常关键的。

相比之下，热流式DSC或Boersma式DTA的炉体较重或者使用大质量的银块，因此仪器的响应能力较为迟缓。直接导致DSC的内在热惯量更大，响应时间更慢。使用较大炉体的DSC的分辨率也明显低于功率补偿式DSC。一些仪器公司试图使用大的银块或采用数学算法来改善上述问题。这些数学算法设法通过调整数学模型以弥补DSC响应速率较慢等不足。然而，需要警惕的是，所有数学处理都存在一定假设条件，都会改变真实的热流测试结果。而双炉体或功率补偿式DSC利用独特的DSC硬件结构设计不会对结果进行任何数学处理，因此提供的是真实的样品响应数据。

在本研究中，测试了三种不同夹心的曲奇饼干中所含的脂肪：

- 普通奥利奥®曲奇饼干
- 低脂奥利奥®曲奇饼干
- 类似于奥利奥但是不含固体或氢化脂肪的曲奇饼干

实验

三种不同类型曲奇饼干的夹心测试条件如下。

实验条件

仪器：	Pyris™ 功率补偿式DSC
冷却设备：	Intracooler II
样品盘：	开盖铝盘
样品质量：	约11mg
温度范围：	-60~100 °C
扫描速率：	20 °C/min
吹扫气：	氮气

预先使用高纯钢对DSC进行温度和热焓校正。

结果

图1所示为普通奥利奥曲奇饼干夹心的DSC测试结果，显示了热流随样品温度的变化。由于曲奇饼干夹心所含脂肪的特性和多晶形式，样品的DSC热谱非常复杂。脂肪从-18.8 °C开始融化。夹心脂肪的一系列熔融峰分别出现在-2.6、16.1、28.0、35.1和44.5 °C。复杂的熔融曲线反映了生产奥利奥夹心时特定的处理条件所产生的脂肪多晶形式。曲奇饼干夹心的总熔融能量是28.2 J/g。DSC结果说明奥利奥曲奇饼干夹心中相当一部分脂肪在室温以上融化，这是因为夹心中含有氢化脂肪。

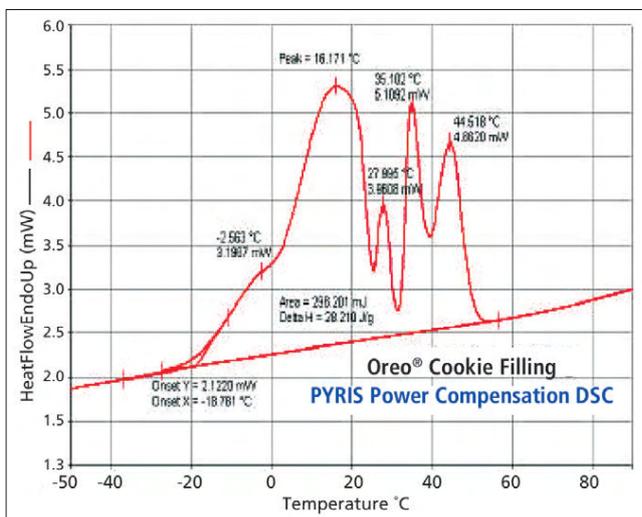


图1.普通奥利奥曲奇饼干夹心的DSC测试结果

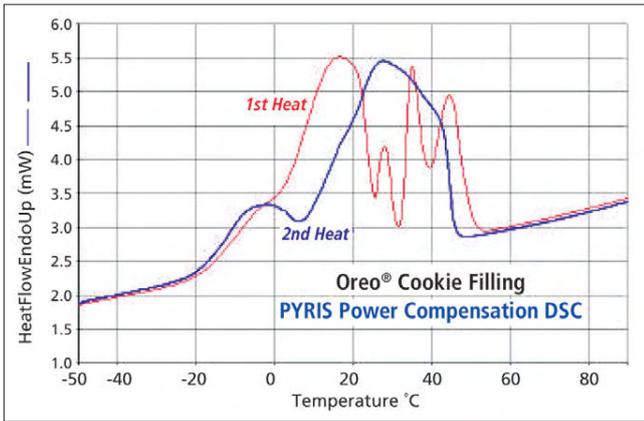


图2. 夹心第一次和第二次DSC加热曲线的比较

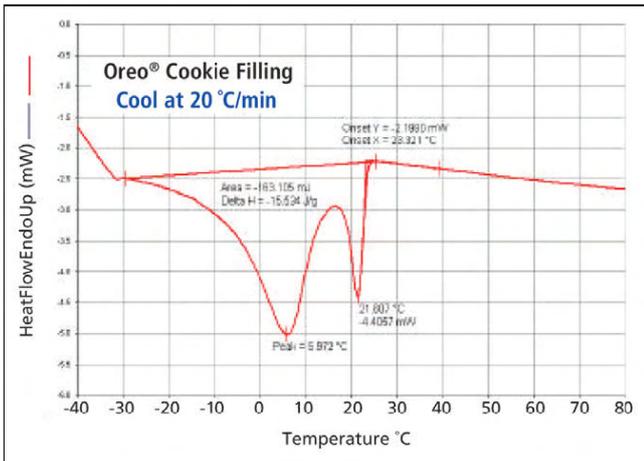


图3. 普通奥利奥曲奇饼干夹心的DSC冷却曲线

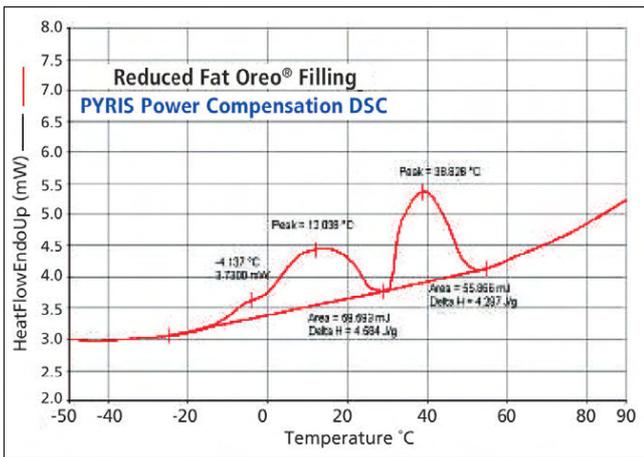


图4. 低脂奥利奥曲奇饼干夹心的DSC测试结果

Pyris™功率补偿式DSC的高分辨率赋予仪器具备检测曲奇饼干夹心脂肪多晶转变精细结构的能力，即便是以每分钟20 °C的速率进行快速升温同样也能够得到清晰、明了的多晶转变重叠峰。

热流式DSC，特别是使用较大银块的仪器，一般无法准确分辨冲重叠的多晶转变信号，使得表征数据不够准确和完整。而使用Pyris™功率补偿式DSC，所有重要的转变——无论信号大小强弱——都可以被仪器捕捉到。

普通奥利奥曲奇饼干夹心层被冷却到-60 °C，然后以每分钟20 °C的速率再次加热，结果如图2所示。夹心层的热响应数据与之前相比有很大不同，这反映了夹心层经历了不同的热历史。融化、冷却、再次加热，使得脂肪形成新的形貌或结构。DSC是研究脂肪及其多晶形式的热历史影响的非常有用技术。

在降温实验中，功率补偿式DSC也可以提供很好的测试结果。脂肪在降温过程中发生明显的结晶行为，这些信息对于表征和加工过程控制是非常有价值的。图3所示为奥利奥曲奇饼干夹心层样品以每分钟20 °C的速率从100 °C冷却到-60 °C的DSC测试结果。脂肪的结晶发生在23 °C。降温曲线证明曲奇饼干夹心层中含有两种结晶性质不同的脂肪。

图4所示为低脂奥利奥曲奇饼干夹心层的DSC测试结果。夹心层的多个融熔过程分别发生在-4.1、12.0和38.8 °C。虽然低脂夹心层中也含有固体或氢化脂肪，较低的融熔能量说明其中脂肪的含量有所下降。第一个和第二个融熔过程的能量分别为4.6和4.3 J/g，总能量为8.9 J/g，这一数值远低于普通奥利奥曲奇饼干夹心层（28.2 J/g）。

图5所示为类似于奥利奥但是不含固体或氢化脂肪的曲奇饼干夹心的DSC测试结果。该夹心中的脂肪在0 °C以下就完全融熔，融熔峰出现在-26.0和-17.3 °C。这一无氢化脂肪夹心层的融熔能量为16.1 J/g。

图6重叠显示了三种不同类型曲奇饼干夹心层的DSC数据。各种夹心层所含脂肪的融熔曲线的差异非常显著。

总结

对于食品中的脂肪性质和含量，功率补偿式或双炉DSC可以得到非常好的测试结果。功率补偿式DSC的快速响应能力可以提供最高的分辨率，这对于表征食品所含脂肪的多晶熔融转变过程是非常关键的。即便是以每分钟20 °C的速率进行快速扫描，功率补偿式DSC也能够提供很高的分辨率，可以检测曲奇饼干夹心层脂肪多晶形式产生的多个熔融峰。这些数据对于食品脂肪的完整表征、质量保证、产品稳定性和加工过程控制来说都是非常重要的。

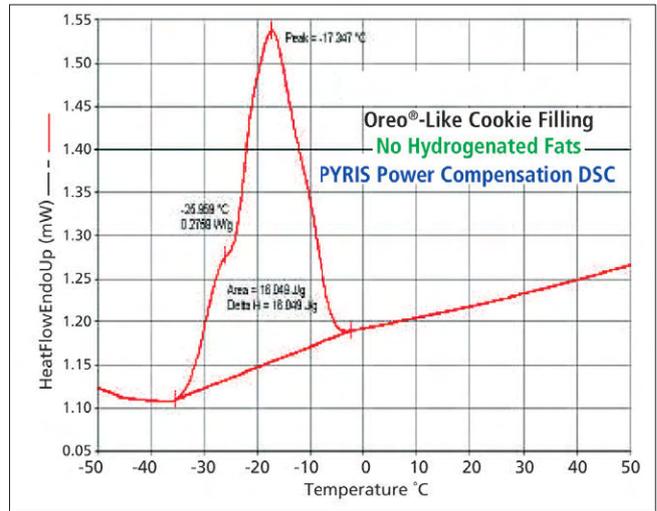


图5. 类似于奥利奥但是不含氢化脂肪的曲奇饼干夹心的DSC测试结果

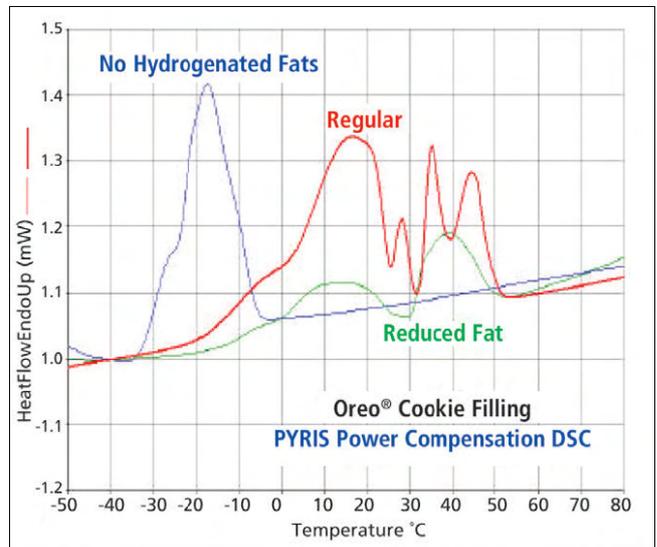


图6. 普通奥利奥夹心、低脂奥利奥夹心和无氢化脂肪夹心的DSC测试结果重叠显示

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司
地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。