

为什么要测定固体脂肪含量?

固体脂肪含量 (SFC) 是可可油、人造黄油、黄油等常规测量指标, 是脂肪在不同温度下的熔融以及硬度性能指标。熔融和硬度性能对口感、香味以及涂抹性能有很大影响。熔融性能可以通过直接加温直至完全熔融得到, 但是 SFC 值与脂肪的晶体类型有强烈关系, 对温度变化是很敏感的, 对结晶速率或者预热过程有很大关系。

SFC 是新型脂肪的重要指标, 是食品制造商质量控制更重要的指标。

测量固体脂肪含量的技术

固体脂肪含量的测定开始是采用膨胀计测试的 (AOCS cd10-57), 这个按照经验公式得到的是固体脂肪指数 (SFI), 但是操作过程很复杂而且需要很高的技术。自 20 世纪 60 年代以来, 核磁共振 (NMR) 作为一种更可靠的手段来测定固体脂肪含量, 由于它能测定液体中流体的数量, 即所谓的间接 NMR 方法 (AOCS cd16-81) 可以间接地测定固体脂肪含量, 虽然间接方法精度高, 而且只需要一个标样 (100% 油参考样), 但是测试仍然是相当麻烦的, 要 4 次测试才能产生一个固体脂肪含量结果。与连续波 NMR 谱仪执行间接 NMR 方法相比, 脉冲 NMR 谱仪能同时得到固体脂肪和液体脂肪的含量, 即后来发展的直接 NMR 方法 (AOCS cd16b-93)。虽然直接 NMR 方法需要三个标准样品 (0% SFC, 30% 低 SFC, 70% 高 SFC), 但是常规测试只需测试一次而不是测试 4 次, 与间接 NMR 方法相比, 测试结果更准确, 而且直接 NMR 方法减少了操作者出错的可能性。

尽管 SFC 测试简化了, 但是样品的预热简化限制了分析的速度, 预热过程必须一定时间才能保证测试结果。

脂肪类型的影响

有两类不同的脂肪需要不同的测试参数以及不同的预热条件。

Stabilising fats (稳定脂肪): 即可可油, 有几种结晶形态, 以及需要很长的加热和冷却过程, 得到非常稳定的脂肪形态, 整个样品的制备和预热过程要耗费 2 天时间, 对于稳定脂肪, 采用直接方法扫描 1 次, 循环时间为 6 秒。

Non-stabilising fats (非稳定脂肪): 即人造黄油、黄油等, 由于脂肪晶体种类比较少, 脂肪的预热过程要比稳定脂肪的预热过程要快、要简单, 非稳定脂肪的整个预热过程大概要耗费 2 个小时。对于非稳定脂肪, 直接 NMR 方法扫描 4 次, 每次扫描的循环时间为 2 秒。

平行法或连续法分析

由于样品的制备以及预热过程非常耗时间, 因此必须组织提高工作效率, 因此必须有多个预热水浴, 以在不同的温度下预热。

平行法分析, 同一个样品必须准备一组, 这一组样品中的每一个样品在不同温度水浴中预热。

连续法分析，所有的样品均在同一个水浴中预热，然后将样品转移到下一个温度的水浴中。

官方公布方法

目前公布的官方方法有：

SFI，固体脂肪指数，膨胀计法（AOCS cd-10-57），由于直接 NMR 方法的出现，该方法正在逐渐被废弃。

SFC，间接 NMR 方法（AOCS cd 16-81），由于该方法只需要一个 100%油参考样品（即甘油三油酸酯），该方法作为新脂肪配方而使用。SFC，直接 NMR 方法（AOCS cd 16b-93），适用于质量控制，由于该方法简单，测试的精度高。**注意牛津公司提供的 SFC Direct 软件完全符合 AOCS 的标准方法 Cd 16b-93。**目前广泛使用的是该方法。

SFC 直接测试法

NMR 直接法测定样品中的固体信号和液体信号得到固体脂肪含量。无论如何，由于探头有一个死时间，需要标准样品才能保证正确的测量。直接方法固体脂肪含量（SFC）的测量请使用 SFC Direct 软件包。

理论

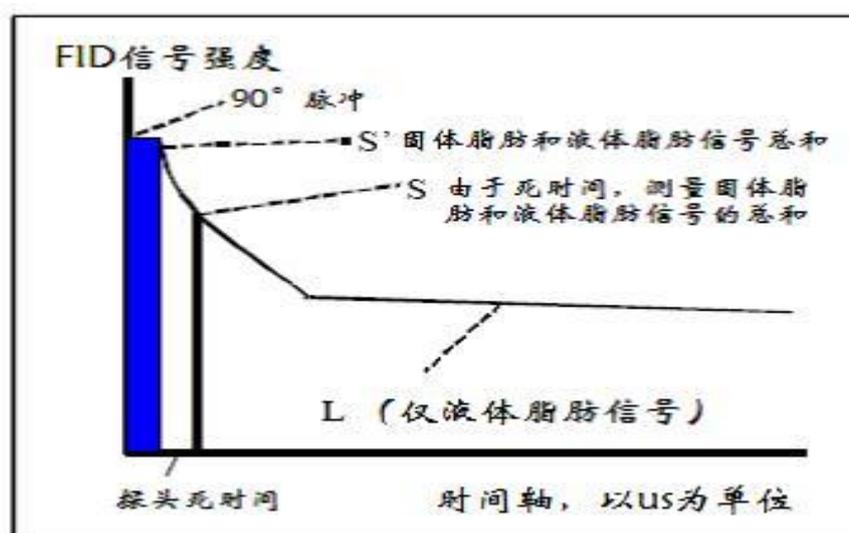


图 1 固体脂肪含量测试实验，射频脉冲后得到的 NMR 信号；信号衰减有两个组份，固体脂肪为快速衰减、液体脂肪为慢衰减。脉冲结束后，我们测试得到的信号来自于固体和液体脂肪、经过一段时间后，测试得到的 NMR 信号由于固体已经衰减完后仅反应液体脂肪的信号，上述这两个 NMR 信号强度值可以计算固体脂肪含量值。

根据 AOCS cd 16b-93 中的规定，对于 SFC 直接方法，在自由感应衰减曲线上，取两组数据点，其中一组在射频脉冲后中心点在 11us 处（固体信号 S+液体信号 L，E11），另一组在射频脉冲后中心点在 70us 处（只有液体信号 L，E70）。固体脂肪含量 SFC）由下式得到：

$$SFC = (1 - \frac{L}{S+L}) \times 100\%$$

这里，S 是固体脂肪部分的信号强 L 是液体脂肪部分的信号强度。

f-因子在射频脉冲后，在 11us 的时间段内固体信号衰减非常快，总信号 E11=S'+L 是原始信号 (S+L) 衰减后的信号，因此任何直接方法 SFC 测试得到的 SFC 值低于实际值，产生一个人为误差，要解决这个问题，采用一个 **f-因子**，即 S = fS'，使得 S 信号强度恢复到射频脉冲后的信号强度，**f-因子**由预先合成得到的标准样品 0%，30%和 70%SFC 样品校正得到。**f-因子**由牛津公司提供的软件直接得到，**f-因子**由下列公式得到：

$$f = \frac{SFC_{std.}(E70 + D)}{(100 - SFC_{std.}) \times (E11 \times K - E70)}$$

这里：

SFC_{std.} 是标准样品的固体脂肪含量，f 是 **f-因子**（该值通常为 1.5 左右）。

K = k-因子，是根据 0% SFC 标准样品得到的校正因子 (E11/E70)，k-因子是由于磁场的均匀导致的信号的衰减，对于 0% SFC 标准样品来说，E70 比 E11 小一些，一般来说，k-因子应该接近于 1.0。

D = 早期脉 NMR 谱仪的二极管检测器的偏置补偿因子，用于补偿模拟接收器仪器上 D 应该接近于 0.0。

固体脂肪含量校正计算

一旦得到仪器的 f-因子 SFC 直接方法计算得 SFC 由下式得到：

$$SFC = \frac{fS}{fS + L} \times 100\%$$

用直接方法使用的校正标准样品

牛津公司为用户提供了国际上认可的 r 校正标准样品一组三个，固体脂肪含量分别为 0%、30%和 70%。

直接方法准备的样品管

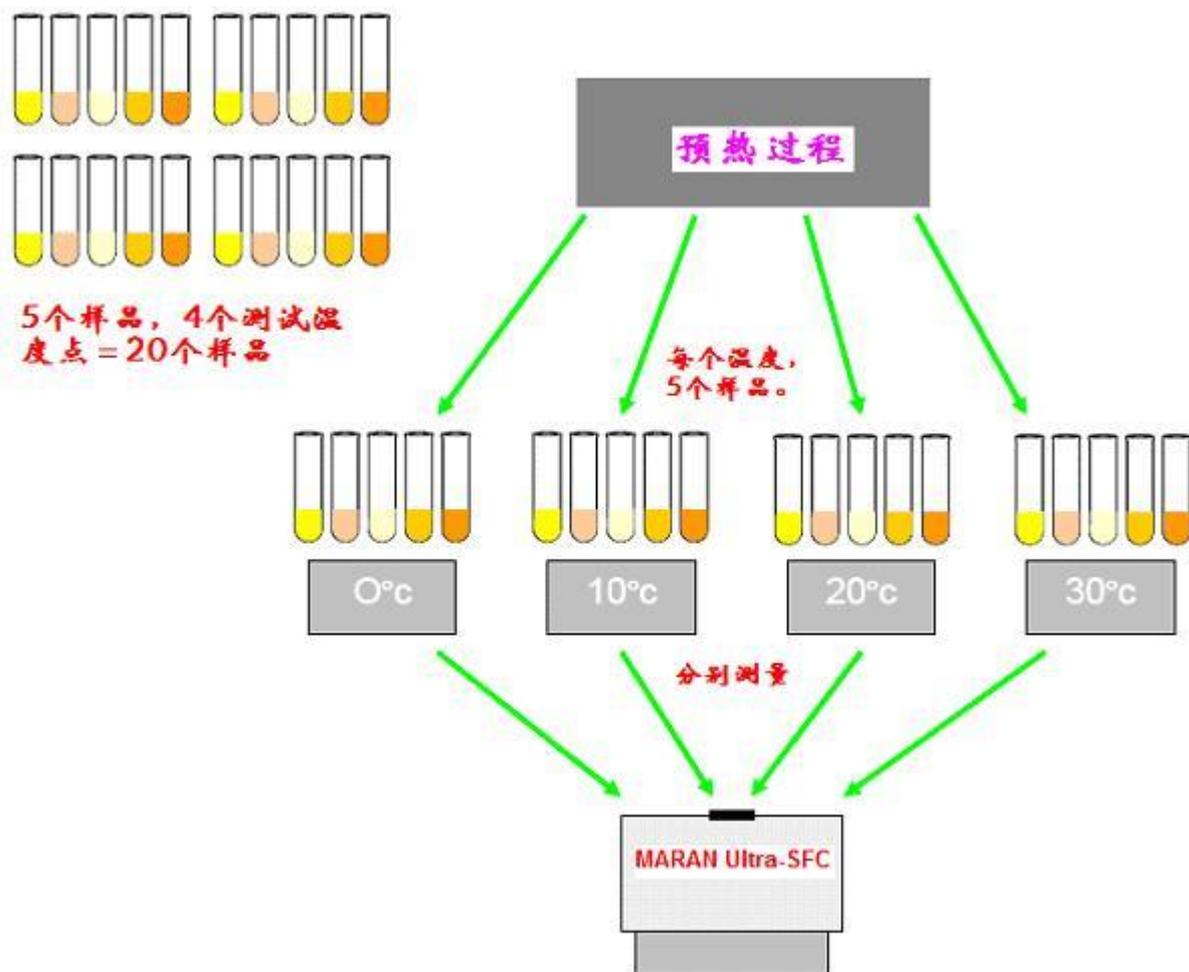
10mm 样品管（用于 SFC 直接方法，装样的高度至少 45mm。操作方法按照 AOCS 官方颁布的方法 Cd 16b-93—*Solid Fat Content (SFC) by Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance—The Direct Method for additional information on standard sample preparation and tempering techniques.*

AOCS Cd 16b-93 对样品的预热条件作了如下规定：

1. 100° C 下预热 15 分钟；
2. 60° C 下预热 5 分钟；
3. 0° C 下预热 60 分钟；

4. 在测试温度下分别预热 30 分钟。

在不同温度下的测试



使用一个水浴的连续法分析:

使用一个水浴的连续法, 即一个水浴用于所有的测试温度。所有的样品在改变水浴温度之前处于相同的温度; 尽管水浴数量减少了, 在不同温度下测试必须先保证水浴温度达到平衡, 虽然所有的样品用于所有的温度, 但是两个温度之间的平衡的差异会显示某些测量上的误差, 整个测试过程需要更长的时间。

使用几个不同的水浴的连续法分析:

就像平行法那样采用不同的水浴温度, 连续法需要与平行法一样多的水浴, 这里所有的批样品在转移到下一个水浴中预热之前在相同的温度下预热。耗费的时间比平行法要长 (图 3)。

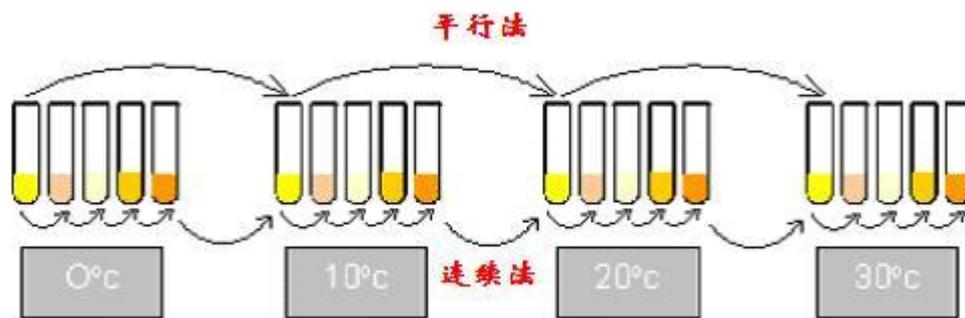


图 3. 在不同的温度测试，平行法和连续法比较