

试样 牛奶巧克力，瑞士莲巧克力条

条件 测试仪器：DSC

坩埚：40 μ l铝坩埚，密封。

试样制备：用锐利的刀由巧克力条切出试样，转移入铝坩埚(不被手加热!)。试样重量17.33mg。

测试：用同一试样进行DSC测试。括弧中为图4.13中所示曲线的名称。

以10K/min由-30 $^{\circ}$ C¹至60 $^{\circ}$ C(原始曲线)

以20K/min由60 $^{\circ}$ C至-30 $^{\circ}$ C，恒温5min(不显示)

以10K/min由-30 $^{\circ}$ C至60 $^{\circ}$ C(快速结晶后)

以1K/min由60 $^{\circ}$ C至15 $^{\circ}$ C(不显示)

在15 $^{\circ}$ C恒温1h(不显示)

以10K/min由-30 $^{\circ}$ C²至60 $^{\circ}$ C(慢速冷却后)

1) 用约5min从室温降温至-30 $^{\circ}$ C

2) 用约4min从15 $^{\circ}$ C降温至-30 $^{\circ}$ C

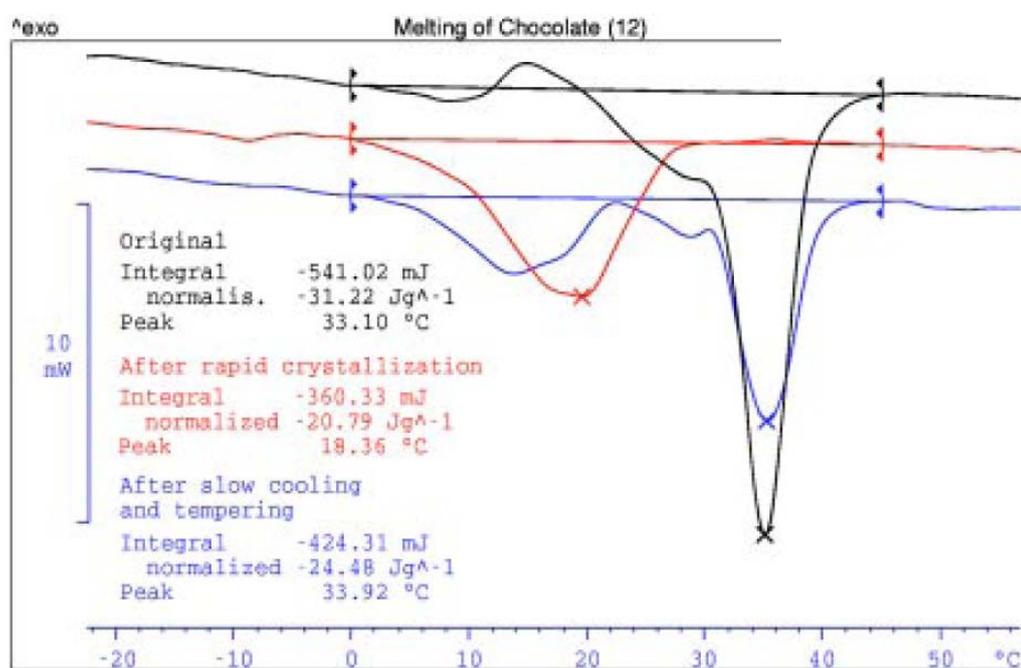


图 4.13 巧克力试样的不同 DSC 曲线

解释

在本实验中，所用市售牛奶巧克力未作任何进一步制备，以表明多晶型如何随着结晶条件而变化。标识为“Original”的曲线所示，为购买后在 5°C 贮存的市售牛奶巧克力试样的熔融行为。在 10°C 至 20°C 间可清晰辨识出一个放热峰(稳定型的重排)。30°C 以上(口的温度)，β-晶型的熔程开始。该晶型在工艺上是通过和缓的退火获得的。因为升温速率快(如此选择是为了获得较大的峰)，没有进一步分辨出各个熔融部分。

在以 20K/min 将同一试样的熔体快速冷却至-30°C 后，标识为“after rapid crystallization”的曲线呈现新的熔融特征。此时只存在不稳定晶型，同一试样的总熔融热由 541mJ(原始牛奶巧克力)下降至 360mJ。快速结晶的巧克力不再满足感官的要求。

现在将同一试样以1K/min的速率由熔体冷却至15°C，恒温15min，然后冷却至-30°C。这些退火条件是为了模拟“缓慢而小心的”结晶。该试样的熔融行为由标识为“after slow cooling”的曲线表示。α-晶型已在5°C开始熔融，事实上没有进一步的重排(由于升温速率快)，而仅有约一半原始β-晶型存在，在30°C之上熔化。

计算 Evaluation

由峰积分得到估算脂肪晶型相对稳定性所需要的结果：

	熔融热 Heat of fusion J/g	峰温 Peak temperature °C
原始巧克力 Original chocolate	31.2	33.1
开始结晶后 After rapid crystallization	20.8	18.4
缓慢结晶后 After slow cooling	24.5	33.9

结论

巧克力原料的质量、工艺参数和组成影响 DSC 熔融曲线的形状。