

# 珍珠粉、珍珠层粉及其混合物的鉴别

TA-008

**摘要：**介绍了示差扫描量热仪（DSC）测量珍珠粉、珍珠层粉及其混合物的热分析图谱。考察了珍珠粉和珍珠层粉热焓的重现性，确定了用热焓来鉴别珍珠粉和珍珠层粉的方法，完成了珍珠粉含量对应热焓的标准曲线。

**关键词：**聚丙烯 等温结晶 Avrami 方程

随着医疗卫生的发展，珍珠粉作为美容、保健的滋补品，越来越受到人们的重视。但是市面上也出现使用珍珠层粉假冒珍珠粉来以次充好。珍珠粉的原料是珍珠，往往是淡水珍珠，通过磨制的方法制成粉末。珍珠层粉则以贝壳或蚌壳为主要原料，通过粉碎和磨制，加工成大小在 200 目以下的粉末。因为原料的不同，使得珍珠粉和珍珠层粉在成本、功能方面差异很大。

珍珠粉与珍珠层粉化学组成相似，主要成分都是碳

酸钙，并含有多种氨基酸，只是在氨基酸含量上有较大差异。且外观非常相似，给定性定量鉴别工作带来一定难度。示差扫描量热法以热焓为主要定性、定量指标，对珍珠粉和珍珠层粉进行鉴别。并解决了其他方法难于对混合物进行定量的问题，为类似混合物的定量工作提供了快捷、方便的方法。

## 材料和方法

### 1.1 仪器及试剂

Shimadzu DSC-60A 差示扫描量热仪

TA-60WS 热分析工作站

FC-60A 气体流量控制器

SSC-30 样品密封 / 卷边器

shimadzu 十万分之一电子天平

### 1.2 分析条件

升温范围：室温至 530℃

升温速度：20℃/min

氛围：静态空气

气体流速：0 mL/min

冷却方式：风冷

样品量：16-18 mg

坩 埚：铝坩埚

### 1.3 分析方法

1) 样品制备：珍珠粉标准样品以某淡水珍珠粉碎磨制成粉。珍珠层粉标准样品以蚌壳粉碎磨制成 200 目粉末。

2) 试验准备：以高纯钢为标准物质，校正仪器的温度和热焓。

3) 定性实验：依上述实验条件，先后四次称量珍珠粉标准样品，依次进行热分析扫描。然后四次称量珍珠层粉标准样品，依次进行热分析扫描。

4) 定量实验：以十万分之一电子天平分别称量适量的珍珠粉标准样品和珍珠层粉标准样品，按 5 种不同比例混合（用玛瑙研钵研匀），使珍珠粉的含量分别为 0%，24.7%，45.4%，72.6%，100%。各取样品 2 份，按实验条件进行热谱扫描。

## 结果讨论

### 2.1 定性实验

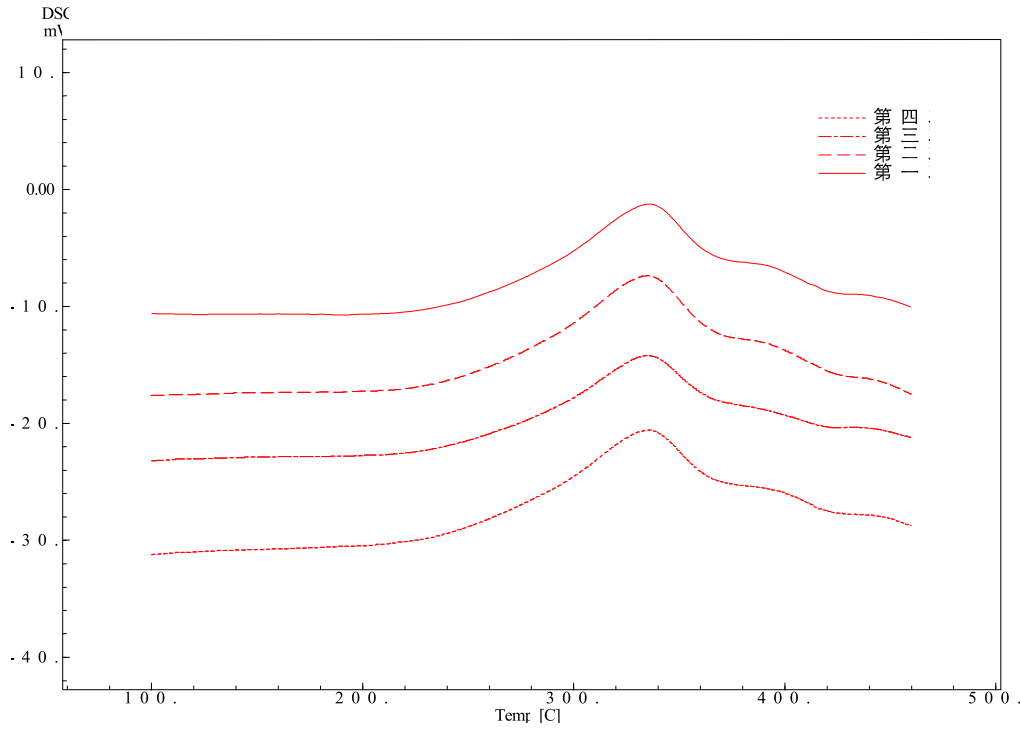


图1 珍珠粉重现性的DSC谱图

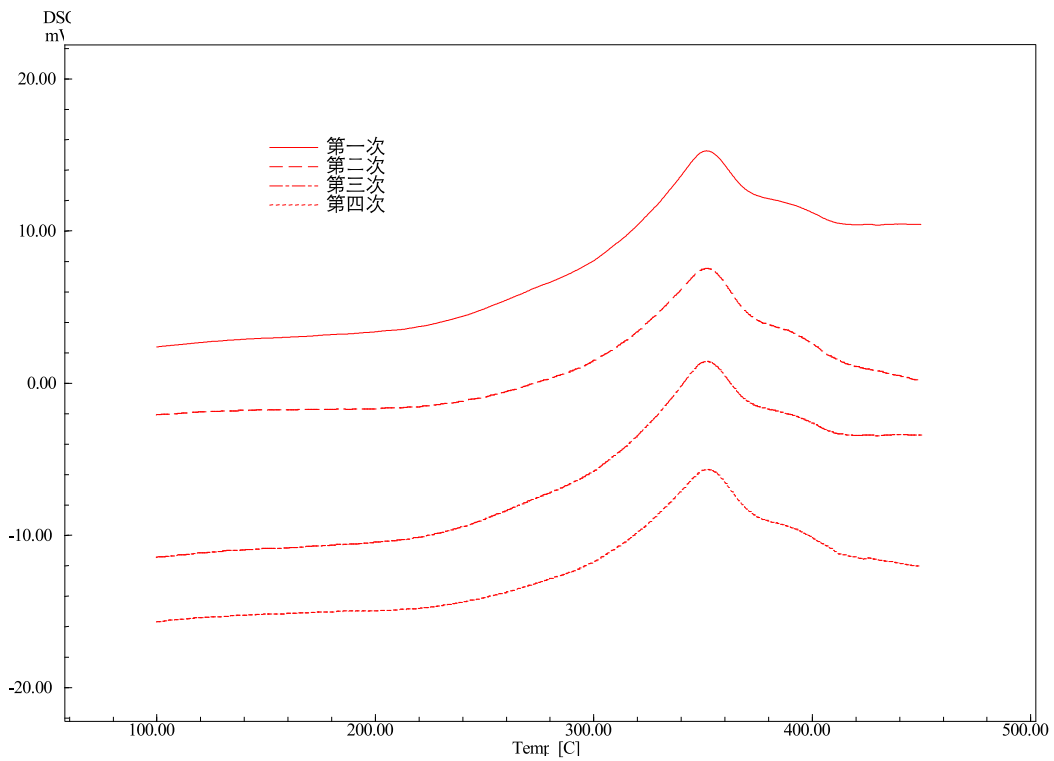


图2 珍珠层粉重现性的DSC谱图

如上图所示，珍珠粉和珍珠层粉在热谱中都具有良好的重现性。根据四次测量的热焓结果，可以得到珍珠粉和珍珠层粉的热焓重现性：

表1 珍珠粉和珍珠层粉的热焓重现性

	珍珠粉热焓 (J/g)	相对标准偏差 (RSD%)	珍珠层粉热焓 (J/g)	相对标准偏差 (RSD%)
1	58.78		30.06	
2	60.73	1.6	30.32	0.8
3	59.42		29.75	
4	58.60		29.94	

如上表所示，珍珠粉和珍珠层粉的热焓有明显差距，并且重现性良好，RSD 值小于 2。通过热焓的不同可以准确鉴别珍珠粉和珍珠层粉。

不同珍珠粉含量样品的热分析谱图如下。

不同珍珠粉含量样品的热分析谱图如下。

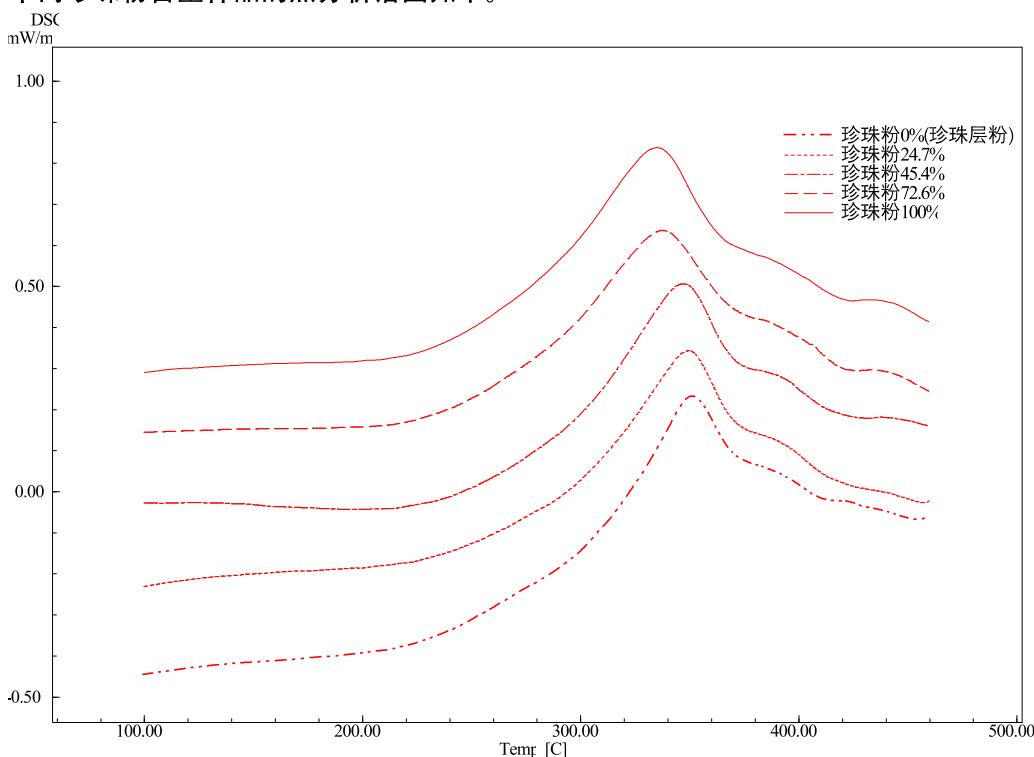


图3 珍珠粉和珍珠层粉混合物的 DSC 图谱

如上图所示，比较不同珍珠粉含量的样品的谱线，随着含量增加，热焓峰不断增大，峰值向低温方向移动，并且同一样品在第二次测量的时候热焓峰消失。由此判断此热焓峰是珍珠粉和珍珠层粉都含有的物质形成的放热峰。根据实验条件可知，此热焓峰应该是由多种氨基酸氧化形成的氧化放热峰。

## 2.2 定量实验

不同珍珠粉含量的珍珠粉和珍珠层粉混合物的 DSC 图谱见图 3。通过软件中热焓计算功能，对计算机中的各个 DSC 图谱的热焓进行计算，得到相关的热焓值，并计算平均值。以珍珠粉含量对热焓平均值作图，回归计算得标准曲线，回归方程为：

$$\Delta H = 0.2931 \times C + 30.232 \quad \Delta H \text{ 为每克样品的热焓值}$$

C 为珍珠粉的百分含量数

线性系数为  $r^2 = 0.9996$

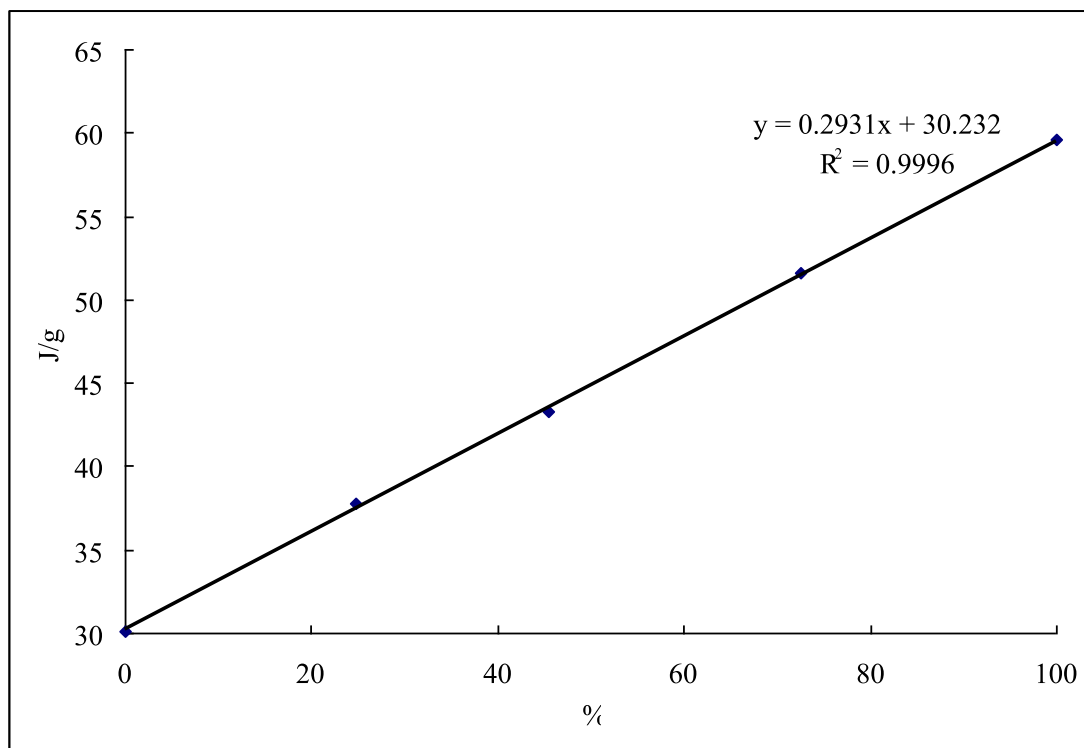


图4 百分含量对平均热焓的标准曲线

如上图所示，珍珠粉含量对热焓的标准曲线线性良好，热焓和珍珠粉含量成正比关系。

表2 珍珠粉含量及热焓

珍珠粉含量 (%)	热焓 1 (J/g)	热焓 2 (J/g)	平均热焓 1 (J/g)	相对标准偏差 (RSD%)
0	30.32	29.94	30.13	0.8
24.7	38.15	37.42	37.79	1.4
45.4	42.73	43.79	43.26	1.7
72.6	50.97	52.15	51.56	1.6
100	59.42	59.67	59.55	0.3

各个珍珠粉含量的样品热焓的变异系数都小于 2%，数据重现性良好。

## 结论

本实验使用示差扫描量热法对珍珠粉和珍珠层粉进行测定，确定了在加热过程会出现氨基酸的氧化峰，并且其热焓值的大小可以用来鉴别珍珠粉和珍珠层粉。珍珠粉的热焓在 58—60J/g 左右，珍珠层粉的热焓在 29—30J/g 左右。并通过珍珠粉和珍珠层粉不同比例的混合，测得珍珠粉百分含量对热焓值的标准曲线。此方法标准曲线线性良好， $r^2$  达到 0.9996，具有良好的重现性，CV 小于 2%，可以用来快速、方便的鉴别珍珠粉，珍珠层粉及其混合物。