

葵花籽油甘油二酯的制备及其在发酵乳应用中的特性研究

张秀秀,李少华,薛秀恒,孔德瑞

(安徽农业大学茶与食品科技学院,合肥 230036)

摘要:以葵花籽油为原料,通过酶法甘油解反应制备富含亚油酸的甘油二酯(DAG)。以乳脂 DAG 作对比,分析了葵花籽油 DAG 的主要脂肪酸组成,并作为脂肪替代物制备酸奶,测定了富含亚油酸 DAG 酸奶的流变特性和质构特性。结果表明,葵花籽油 DAG 最佳制备工艺条件为:甘油与葵花籽油质量比 1:10,脂肪酶添加量 7.13%,反应时间 12.35 h。在最佳条件下,葵花籽油 DAG 中 DAG 含量可达 49.21%,亚油酸含量为 60.17%。与乳脂 DAG 酸奶及乳脂酸奶相比,葵花籽油 DAG 酸奶体系的表观黏度较高、凝胶体系凝聚性更好,酸奶结构更稳定。

关键词:葵花籽油甘油二酯;亚油酸;酸奶;流变;质构

中图分类号:TS225.6;TQ646 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)07-0087-06

Preparation of diglyceride from sunflower seed oil and its application properties in yogurt

ZHANG Xiuxiu, LI Shaohua, XUE Xiuheng, KONG Derui

(School of Tea & Food Science and Technology, Anhui Agricultural University, Hefei 230036, China)

Abstract: Diglyceride (DAG) rich in linoleic acid was prepared from sunflower seed oil by enzymatic glycerolysis. Compared with milk fat DAG, the main fatty acid composition of sunflower seed oil DAG were analyzed by gas chromatography, and as a fat substitute, yogurt was prepared, and the rheological and texture properties of DAG yoghurt rich in linoleic acid were determined. The results showed that the optimal process conditions of sunflower seed oil DAG were obtained as follows: mass ratio of glycerol to sunflower seed oil 1:10, amount of lipase 7.13%, and reaction time 12.35 h. Under these conditions, the contents of DAG and linoleic acid in sunflower seed oil DAG were 49.21% and 60.17%, respectively. The structure of sunflower seed oil DAG yogurt was more stable with higher apparent viscosity and better cohesion of gel system compared with milk fat DAG yogurt and milk fat yogurt.

Key words: diglyceride from sunflower seed oil; linoleic acid; yogurt; rheology; texture

DAG 是油脂的天然成分,含量较低,具有降低餐后血脂水平、抑制体内脂肪积累、缓解糖尿病、抗动脉粥样硬化、防血栓、抑菌等功能特性。DAG 主要存在两种同分异构体,即 1,2-DAG 和 1,3-

DAG,两者比例为 3:7^[1-4]。研究表明,1,3-DAG 对抑制体脂积累和防止体重增加具有积极作用^[5-8]。近年来关于动物油 DAG 的研究较多,但动物油 DAG 含有较多的饱和脂肪酸(SFA),过多摄入饱和脂肪酸可诱导心血管疾病的发生,对人体健康产生不利影响。因此,开发富含不饱和脂肪酸的植物油 DAG 用于食品生产十分重要。祝雨筱^[9]采用高油酸葵花籽油与无水乙醇在油醇摩尔比 1:50、脂肪酶 Lipozyme 435 添加量 6% (占底物总质量)、反应温度 50℃ 下反应 1 h,1,2-DAG 得率约为 88%。DAG 独特的分子结构同时具备较好的亲油性和亲

收稿日期:2019-08-27;修回日期:2020-03-03

基金项目:安徽省重大科技专项(18030701156);省级大学生创新创业项目(201810364006)

作者简介:张秀秀(1995),女,在读硕士,研究方向为食品科学(E-mail) zhangxiuxiu@ahau.edu.cn。

通信作者:薛秀恒,副教授(E-mail) xuexiuheng@126.com。

水性,因此可作为乳化剂^[10-12]应用于食品及其他行业中。贺可琳等^[13]将鸭油 1,3-DAG 作为一种食品添加剂加入脱脂奶粉中,发现添加一定量的鸭油 1,3-DAG 能明显改善脱脂奶粉的分散性、冲调性和稳定性。

葵花籽油是我国使用最广泛的植物油之一,与动物油相比含有较多的多不饱和脂肪酸(PUFA)。其中亚油酸被誉为“血管清道夫”,具有保护心血管、降血脂、延缓衰老、提高免疫力、促进骨骼发育和提高记忆力等功能^[14-16]。以葵花籽油为原料制备的富含亚油酸 DAG 不仅可以用于替代乳脂甘油三酯的功能性油脂,也可同时用于肥胖人群及其相关疾病人群的治疗。但葵花籽油来源的 DAG,由于富含不饱和脂肪酸,其与含饱和脂肪酸含量较高的乳脂 DAG 相比,质构特性有所不同。因此,利用制得的富含亚油酸 DAG 开发富含亚油酸 DAG 的发酵乳制品,并研究其品质特性的变化具有一定的理论与实际意义。

1 材料与方法

1.1 试验材料

葵花籽油(山东鲁花集团有限公司);富含 1,3-DAG 乳脂(提取自安佳黄油,上海恒天然贸易有限公司);新西兰安佳脱脂奶粉(上海恒天然贸易有限公司);诺维信 435 脂肪酶(诺维信集团);SH-486 乳酸菌(丹麦科汉森有限公司);氯化钠、吐温-80、氢氧化钠、氨水、硫酸、乙醚、石油醚,分析纯;甲醇、正己烷、异丙醇,色谱纯(美国 Fisher 公司)。

CP244C 电子天平,HH-S 恒温水浴锅,Fluko 高速分散器(上海 FlukoLU 有限公司),APV 2000 超高压纳米均质机(德国 APV 公司),Allegra 64R 型贝克曼高速冷冻离心机(美国贝克曼库尔特有限公司),7890B 气相色谱仪(美国 Agilent 公司),Luna silica C18 色谱柱(美国 Phenomenex 公司),1525 系列高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),2414 示差检测器(美国 Waters 公司),R/S Plus 黏度计(美国 Brookfield 公司),HR-1 旋转流变仪(美国 TA 公司),CT3 质构仪(美国 Brookfield 公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 葵花籽油 DAG 的制备

参照王志耕等^[17]的方法并作改进。称取葵花籽油、甘油、诺维信 435 脂肪酶于 250 mL 锥形瓶中,于气浴恒温振荡器 53℃、200 r/min 条件下振荡反应一段时间。结束后,将上清液移入离心管中,以 5 000 r/min 离心 5 min。收集上清液在 70℃ 下加热 10 min 以使残留的酶失活,得到葵花籽油 DAG。

DAG 含量的测定在实验室已有的标准曲线基础上,采用高效液相色谱法测定,具体方法参照文献[17]。

1.2.2 脂肪酸组成及含量测定

参照 GB 5009.168—2016 方法对样品进行前处理。色谱条件:HP-88 气相毛细管柱;氢火焰离子化检测器温度 280℃;进样口温度 250℃;分流比 100:1,载气为氮气,流量 2 mL/min;进样量 1 μL。用相对保留时间定性,用峰面积归一法定量。

1.2.3 葵花籽油 DAG 的酸价、皂化值、碘值的测定

参照 GB/T 5530—2005 测定酸价,参照 GB/T 5534—2008 测定皂化值,参照 GB/T 5532—2008 测定碘值。

1.2.4 DAG 部分替代乳脂酸奶的制备

1.2.4.1 酸奶的制备

将脱脂奶粉与蒸馏水以质量比 1:7 混合,加入 5% 白糖,分别加入 2% 葵花籽油 DAG、乳脂 DAG 和乳脂,用高速分散器分散均匀;再通过超高压纳米均质机将乳液混合均匀,90℃ 下水浴灭菌 20 min;冷却至 42℃ 以下,接种 0.07% 的菌粉(保加利亚乳杆菌和嗜热链球菌),密封,42℃ 发酵 4.5 h,然后置于 4℃ 冰箱后熟 18 h,得到 3 组酸奶样品。

1.2.4.2 酸奶流变特性测定

静态流变测定^[18]:采用黏度计测量,使用具有 CC40 探头的同轴圆筒夹具测量 25℃ 下酸奶的流变性质。每组测试均做 3 次平行。

动态流变测定:采用 HR-1 旋转流变仪对酸奶样品进行测定,使用直径 40 mm 圆形平行板,样品与平行板间隙为 1 mm,设置测量温度 25℃,扫描应变 0.2%,测定角频率范围为 0~100 rad/s。

1.2.4.3 酸奶质构特性测定

使用 CT3 质构仪进行酸奶样品的凝胶质构的测定。选择 P-36R 探针,设置测定条件:测前速度 2.0 mm/s,测试速度 2.0 mm/s,测后速度 2.0 mm/s,压缩比 50%,触发力 5 g。每组测试均做 3 次平行。

1.2.5 数据分析

本试验用 Microsoft Excel 2013 软件进行数据的录入和统计,采用 SPSS 19 统计学软件进行方差显著性分析,采用 Origin 9.0 绘图。

2 结果与分析

2.1 葵花籽油 DAG 制备单因素试验

2.1.1 醇油质量比对 DAG 含量的影响

在酶添加量 7%、反应时间 12 h 条件下,研究醇油质量比(甘油与葵花籽油质量比,下同)对 DAG 含量的影响,结果如图 1 所示。

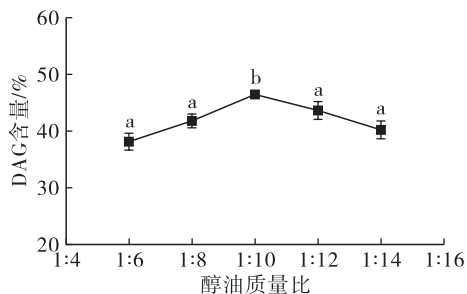


图1 醇油质量比对 DAG 含量的影响

由图1可知,醇油质量比达到1:10时,DAG含量达到最大值,继续增加葵花籽油量,DAG含量降低,这可能是由于随着葵花籽油量增加,底物与酶的接触面积降低。因此,最佳醇油质量比为1:10。

2.1.2 酶添加量对 DAG 含量的影响

在醇油质量比1:10、反应时间12 h条件下,研究酶添加量对 DAG 含量的影响,结果如图2所示。

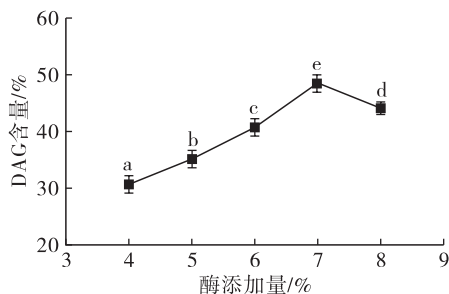


图2 酶添加量对 DAG 含量的影响

由图2可知,酶添加量在4%~7%之间时,DAG含量随着酶添加量的增加而逐渐升高,但酶添加量超过7%后,DAG含量呈下降趋势。原因可能是脂肪酶含量过高时,大部分脂肪酶颗粒会沉积在容器底部,在该反应条件下未能充分分散,导致底物与酶不能充分接触。因此,最佳酶添加量为7%。

2.1.3 反应时间对 DAG 含量的影响

在醇油质量比1:10、酶添加量7%条件下,研究反应时间对 DAG 含量的影响,结果如图3所示。

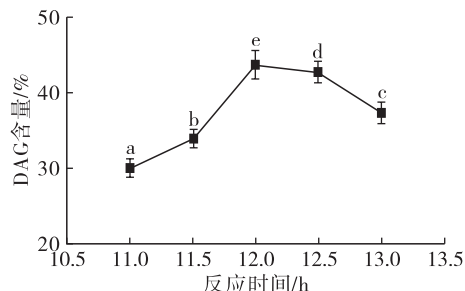


图3 反应时间对 DAG 含量的影响

从图3可以看出,DAG含量随着反应时间延长先上升后下降,反应时间为12 h时,DAG含量达到最高值。因此,最佳反应时间为12 h。

2.2 葵花籽油 DAG 制备的响应面优化试验

2.2.1 响应面试验设计及结果

以醇油质量比(A)、酶添加量(B)、反应时间(C)为自变量,DAG含量(Y)为响应值,设计响应面试验优化葵花籽油 DAG 制备工艺。响应面试验设计及结果如表1所示,方差分析如表2所示。

表1 响应面试验设计及结果

试验号	A	B/%	C/h	Y/%
1	1:10	6	14	41.09
2	1:10	6	10	39.81
3	1:10	7	12	48.53
4	1:10	8	14	44.73
5	1:12	8	12	42.88
6	1:10	7	12	49.05
7	1:8	8	12	43.78
8	1:10	7	12	47.64
9	1:12	7	10	44.39
10	1:8	7	14	46.03
11	1:10	7	12	48.62
12	1:12	7	14	45.32
13	1:10	8	10	42.96
14	1:10	7	12	47.98
15	1:8	6	12	43.17
16	1:12	6	12	42.00
17	1:8	7	10	44.54

表2 方差分析

来源	平方和	自由度	均方	P	显著性
模型	119.01	9	13.22	0.000 4	**
A	1.07	1	1.07	0.259 0	
B	8.57	1	8.57	0.010 4	*
C	3.74	1	3.74	0.055 6	
AB	0.02	1	0.02	0.877 3	
AC	0.08	1	0.08	0.749 6	
BC	0.06	1	0.06	0.049 9	*
A ²	6.50	1	6.50	0.019 3	*
B ²	73.02	1	73.02	<0.000 1	**
C ²	17.73	1	17.73	0.001 6	**
残差	4.98	7	0.71		
失拟项	3.74	3	1.25	0.105 4	
纯误差	1.24	4	0.31		
总和	123.99	16			

注:**表示影响极显著($P < 0.01$),*表示影响显著($P < 0.05$)。

利用 Design Expert 软件对表1试验结果进行多元回归拟合分析,得到 DAG 含量的二次多元回归方程: $Y = 48.36 + 0.37A + 1.04B + 0.68C - 0.068AB + 0.14AC - 0.12BC - 1.24A^2 - 4.16B^2 - 2.05C^2$ 。

由表 2 可知:回归模型 $P < 0.01$, 说明回归模型极显著;失拟项 $P = 0.1054 > 0.05$, 失拟项不显著, 说明对葵花籽油 DAG 响应面试验的拟合情况较好, 可以用于葵花籽油 DAG 制备工艺的优化。对葵花籽油 DAG 含量的影响由大到小依次为酶添加量 (B) $>$ 反应时间 (C) $>$ 醇油质量比 (A)。 B^2 、 C^2 对葵花籽油 DAG 含量影响极显著 ($P < 0.01$), B 、 A^2 、 BC 对葵花籽油 DAG 含量的影响显著 ($P < 0.05$), 表明试验因素对响应值的交互作用关系不是简单的线性关系。

2.2.2 葵花籽油 DAG 制备最佳工艺条件的确定及验证

根据响应面试验结果, 可确定制备葵花籽油

表 3 反应前后葵花籽油和乳脂脂肪酸含量变化

脂肪酸	乳脂		葵花籽油	
	反应前	反应后	反应前	反应后
棕榈酸	45.89 ± 3.78	45.42 ± 2.97	6.15 ± 1.20	7.81 ± 1.38
硬脂酸	12.16 ± 0.93	17.47 ± 1.05	3.61 ± 0.50	8.73 ± 0.78
油酸	32.48 ± 2.54	29.40 ± 2.30	21.27 ± 2.21	23.18 ± 2.66
亚油酸	9.30 ± 1.18	7.56 ± 1.32	68.84 ± 3.31	60.17 ± 4.52
花生酸	0.17 ± 0.03	0.15 ± 0.04	0.13 ± 0.07	0.11 ± 0.05

由表 3 可知, 乳脂中脂肪酸组成主要为棕榈酸, 约占总脂肪酸的 45%, 反应后饱和脂肪酸含量无显著变化, 但不饱和脂肪酸如油酸、亚油酸含量有所下降。葵花籽油的亚油酸含量高达 68.84%,

表 4 葵花籽油 DAG 的酸价、皂化值和碘值

项目	乳脂		葵花籽油	
	反应前	反应后	反应前	反应后
酸价 (KOH)/(mg/g)	0.310 ± 0.024	0.423 ± 0.031	0.413 ± 0.056	0.574 ± 0.079
皂化值 (KOH)/(mg/g)	234.51 ± 3.89	224.85 ± 3.52	196.23 ± 5.38	185.96 ± 4.71
碘值 (I)/(g/100 g)	36.93 ± 0.54	32.97 ± 0.67	115.73 ± 0.82	103.07 ± 0.64

由表 4 可知: 由于反应过程中产生了副产物游离脂肪酸, 使得反应后乳脂 DAG 和葵花籽油 DAG 的酸价升高; 随着甘油三酯含量减少, 甘油二酯含量明显增多, 并出现甘油一酯, 皂化值下降; 反应后不饱和脂肪酸含量降低, 造成碘值下降, 且葵花籽油相

DAG 的最佳工艺条件为醇油质量比 1:10、酶添加量 7.13%、反应时间 12.35 h, 此时反应产物中 DAG 含量为 49.52%。在最佳工艺条件下进行 3 次验证试验, 制得葵花籽油 DAG 中 DAG 平均含量为 49.21%。实际值与预测值之间无显著差异 ($P > 0.05$)。因此, 基于此方法优化的工艺条件准确可靠, 有实用价值。

2.3 葵花籽油 DAG 脂肪酸组成

采用 2.2 优化制备条件, 以乳脂为原料制备乳脂 DAG, 检测甘油解反应前后葵花籽油与乳脂中的脂肪酸组成, 结果如表 3 所示。

甘油解反应后不饱和脂肪酸含量下降, 单不饱和脂肪酸含量升高, 可能是酶解促进了亚油酸向油酸的转化。

2.4 葵花籽油 DAG 的基本性质 (见表 4)

较于乳脂的碘值更高, 这与植物油的不饱和脂肪酸含量较高有关。

2.5 不同 DAG 对酸奶流变特性的影响

2.5.1 静态流变性质 (见图 4)

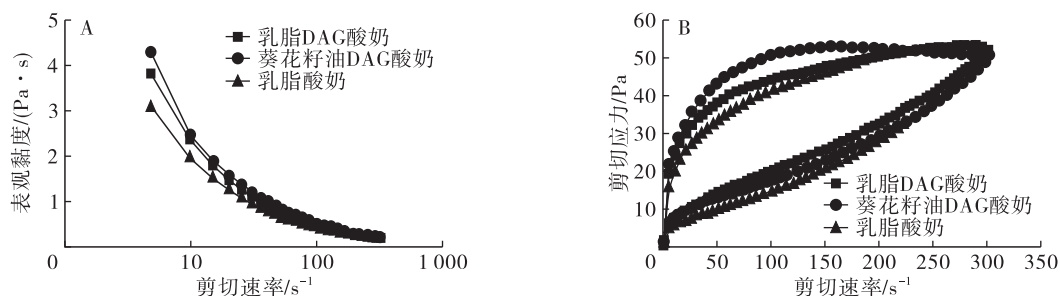


图 4 酸奶样品的表观黏度和触变性

从图 4A 可以看出, 3 组酸奶样品表观黏度随剪

切速率增加均呈逐渐下降后趋于平稳趋势, 且均表

现出假塑性流体特性。在剪切前期由于剪切应力的增加,发酵乳液在外力作用下分子网状交联结构遭到破坏,导致乳液变稀,表观黏度急剧下降。随后表观黏度呈现缓慢下降趋势,甚至趋于平稳。葵花籽油 DAG 酸奶表观黏度略高于乳脂 DAG 酸奶和乳脂酸奶。触变环是剪切速率由低到高和由高到低的两个对应过程图形的上行曲线和下行曲线之间形成的环状回路,环面积越大,表示该流体触变性越好^[19],组织黏弹性越好,组织结构更加稳定。从图 4B 可以看出,葵花籽油 DAG 酸奶触变环面积明显高于另外两组,说明葵花籽油 DAG 酸奶具有较好的触变性,凝胶结构更加稳定。可能原因是葵花籽油 DAG 酸奶中不饱和脂肪酸的存在促进了脂肪球膜与酪蛋白之间相互作用,使网络结构更加紧密。

2.5.2 动态流变性质(见图 5、图 6)

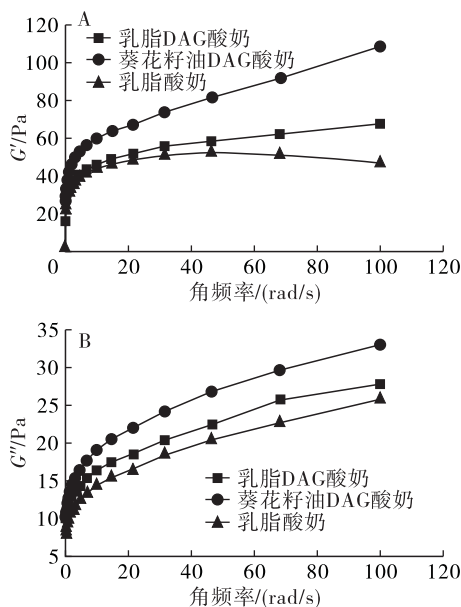


图 5 动态模量随角频率变化曲线

表 5 酸奶样品的质构指标测定结果

酸奶样品	坚实度/g	稠度/(g·s)	黏度/g	黏滞指数/(g·s)	颗粒指数
葵花籽油 DAG 酸奶	56.48	1 351.78	46.54	-288.40	2 126.01
乳脂 DAG 酸奶	54.52	1 243.36	43.95	-262.33	2 004.07
乳脂酸奶	51.10	1 109.39	41.95	-227.89	1 818.84

由表 5 可知,3 组酸奶样品的坚实度、稠度、黏度等受到油脂类型的影响,且与上述油脂的不饱和脂肪酸含量呈正相关,葵花籽油 DAG 酸奶的坚实度和稠度最高,说明其发酵过程中蛋白质的交联程度高。黏度由高到低依次为葵花籽油 DAG 酸奶 > 乳脂 DAG 酸奶 > 乳脂酸奶,与流变测定结果一致。

3 结论

研究表明,获得葵花籽油 DAG 最佳酶解制备工

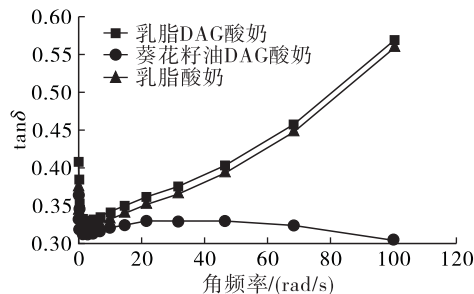


图 6 $\tan\delta$ 随角频率变化曲线

储能模量(G')和损耗模量(G'')在一定程度上分别对应体系的弹性和黏性, G' 较高时,体系弹性较大, G'' 较高时,体系黏性较好。由图 5 可以看出,酸奶体系的 G' 和 G'' 均随角频率的增加而呈现逐渐增加的趋势,说明增加外在作用力,体系形变越大,而恢复形变所需能量将增大,表现出明显的黏弹性。葵花籽油 DAG 酸奶和乳脂 DAG 酸奶体系的 G' 与 G'' 较乳脂酸奶高,说明植物油 DAG 和乳脂 DAG 的添加会增加酸奶体系的黏弹性特征。葵花籽油 DAG 酸奶的动态模量始终高于乳脂 DAG 酸奶,这与植物油中的脂肪颗粒较动物油更易与酪蛋白粒子之间发生交联有关,动态流变测定结果与静态流变结果一致。

从图 6 可以看出,酸奶体系的损耗因子($\tan\delta$)均小于 1,说明其弹性性能始终略高于黏性性能,这表现为一种弱凝胶动态流变学特征。乳脂 DAG 酸奶 $\tan\delta$ 较大,其乳液体系更趋向于固态,流动性低。葵花籽油 DAG 酸奶 $\tan\delta$ 一直处于较低状态,说明葵花籽油 DAG 酸奶体系表现出较好的流动性,相对于乳脂 DAG 酸奶黏性更大。

2.5.3 酸奶质构测定结果(见表 5)

艺条件为:甘油与葵花籽油质量比 1:10,酶添加量 7.13%,反应时间 12.35 h。在最佳条件下,酶解反应制备葵花籽油 DAG 中 DAG 含量可达 49.21%,亚油酸含量为 60.17%。葵花籽油 DAG 替代乳脂可增加酸奶的不饱和脂肪酸含量,改善酸奶的黏弹性和质构特性,为其在食品中的应用及新型酸奶产品的开发提供了一定的理论基础。

参考文献:

[1] OSAMU M, SONI M G. Safety assessment of diacylglycerol

- oil as an edible oil: a review of the published literature [J]. *Food Chem Toxicol*, 2009, 47(1): 9–21.
- [2] WATANABE T, SUGIURA M, SATO M, et al. Diacylglycerol production in a packed bed bioreactor [J]. *Process Biochem*, 2005, 40: 637–643.
- [3] FLICKINGER B D, MATSUO N. Nutritional characteristics of DAG oil [J]. *Lipids*, 2003, 38(2): 129–132.
- [4] MIKLOS R, ZHANG H, LAMETSCH R, et al. Physicochemical properties of lard-based diacylglycerols in blends with lard [J]. *Food Chem*, 2013, 138(1): 608–614.
- [5] MENG X, ZOU D, SHI Z, et al. Dietary diacylglycerol prevents high-fat diet-induced lipid accumulation in rat liver and abdominal adipose tissue [J]. *Lipids*, 2004, 39(1): 37–41.
- [6] YANAI H, YOSHIDA H, TOMONO Y, et al. Effects of diacylglycerol on glucose, lipid metabolism, and plasma serotonin levels in lean Japanese [J]. *Obesity*, 2012, 16(1): 47–51.
- [7] TANG T K, BEH B K, ALITHEEN N B M, et al. Suppression of visceral adipose tissue by palm kernel and soy-canola diacylglycerol in C57BL/6N mice [J]. *Eur J Lipid Sci Tech*, 2013, 115(11): 1266–1273.
- [8] RUBY M A, MASSART J, HUNERDOSSE D M, et al. Human carboxylesterase 2 reverses obesity-induced diacylglycerol accumulation and glucose intolerance [J]. *Cell Rep*, 2017, 18(3): 636–646.
- [9] 祝雨筱. 1,2-甘油二酯的酶法合成 [D]. 江苏无锡: 江南大学, 2017.
- [10] EOM T K, KONG C S, BYUN H G, et al. Lipase catalytic synthesis of diacylglycerol from tuna oil and its anti-obesity effect in C57BL/6J mice [J]. *Process Biochem*, 2010, 45(5): 738–743.
- [11] LO S K, TAN C P, LONG K, et al. Diacylglycerol oil—properties, processes and products: a review [J]. *Food Bioprocess Tech*, 2008, 1(3): 223–233.
- [12] KATSURAGI Y, YASUKAWA T, MATSUO N, et al. Diacylglycerol oil [M]. Boca Raton: CRC Press, 2004.
- [13] 贺可琳, 王宝维, 葛文华, 等. 鸭油甘油二酯对脱脂奶粉的稳定性研究 [J]. *中国食品添加剂*, 2016(8): 153–161.
- [14] ABEDI E, SAHARI M A. Long-chain polyunsaturated fatty acid sources and evaluation of their nutritional and functional properties [J]. *Food Sci Nutr*, 2014, 2(5): 443–463.
- [15] MORI T A. *Omega-3 fatty acids and hypertension in humans* [J]. *Clin Exp Pharmacol Phys*, 2010, 33(9): 842–846.
- [16] 金青哲. 功能性脂质 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2013.
- [17] 王志耕, 洪莹, 梅林, 等. 1,3-甘油二酯猪脂的制备方法: CN201510391380.0 [P]. 2015-07-07.
- [18] 曾瑞琪, 张明政, 张甫生, 等. 高酯果胶对酸化大豆蛋白凝胶流变及质构特性的影响 [J]. *食品与发酵工业*, 2018, 44(1): 113–120.
- [19] 胡圣飞, 李慧, 胡伟, 等. 触变性研究进展及应用综述 [J]. *湖北工业大学学报*, 2012, 27(2): 57–60.
- (上接第 81 页)
- [4] 张馨钰. 棉籽油脱臭馏出物中植物甾醇的转化提取研究 [D]. 天津: 天津大学, 2016.
- [5] 叶虔臻. 山茶油脱臭馏出物中角鲨烯分离纯化及对细胞糖代谢作用初探 [D]. 杭州: 浙江大学, 2019.
- [6] 代志凯, 李祥清, 马金萍, 等. 大豆油脱臭馏出物中同时提取角鲨烯、生育酚和植物甾醇的工艺研究 [J]. *粮油食品科技*, 2018, 26(2): 21–24.
- [7] 陈璐. 大豆脱臭馏出物中角鲨烯的提取研究 [D]. 江苏无锡: 江南大学, 2015.
- [8] 张莉华, 许新德, 邵斌, 等. 油脂加工副产物——脱臭馏出物的综合利用 [J]. *中国食品添加剂*, 2015(1): 157–164.
- [9] 陈璐, 曹栋, 丁敏, 等. 大豆油脱臭馏出物中角鲨烯提取工艺研究 [J]. *中国油脂*, 2014, 39(9): 67–70.
- [10] 林文, 丁朝中, 陈乐清, 等. 大豆油脱臭馏出物甲酯化工艺研究 [J]. *化工时刊*, 2013, 27(8): 1–4.
- [11] 朱振南. 菜籽油脱臭馏出物的维生素 E 和甾醇提取及共轭亚油酸甾醇酯的制备 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2013.
- [12] 林利忠, 林亲录, 梁盈. 植物油脱臭馏出物中生物活性成分提取方法研究进展 [J]. *食品与机械*, 2012, 28(6): 256–259, 271.
- [13] YAN F, YANG H J, LI J X, et al. Optimization of phytosterols recovery from soybean oil deodorizer distillate [J]. *J Am Oil Chem Soc*, 2012, 89(7): 1363–1370.
- [14] 唐年初. 豆油脱臭馏出物酶法甲酯化纯化 V_E 的研究 [D]. 江苏无锡: 江南大学, 2008.
- [15] 马磊, 杨天奎, 夏萍, 等. 固体酸催化大豆油脱臭馏出物甲酯化工艺研究 [J]. *中国油脂*, 2015, 40(3): 66–69.
- [16] 周文武. 大豆油脱臭馏出物中天然 V_E 提纯的酶法预处理 [D]. 杭州: 浙江工业大学, 2009.
- [17] TORRES C F, TORRELO G, SEORANS F J, et al. A two steps enzymatic procedure to obtain sterol esters, tocopherols and fatty acid ethyl esters from soybean oil deodorizer distillate [J]. *Process Biochem*, 2007, 42(9): 1335–1341.
- [18] 谷克仁, 王秀华. 脱臭馏出物提取 V_E 的酶预处理 [J]. *中国油脂*, 2006, 31(2): 41–43.
- [19] FRAGA F C, VALÉRIO A, DE OLIVEIRA V A, et al. Effect of magnetic field on the Eversa® Transform 2.0 enzyme: enzymatic activity and structural conformation [J]. *Int J Biol Macromol*, 2019, 122: 653–658.
- [20] 张翼, 郭永红, 胡志雄, 等. 生育酚的薄层色谱快速定性分析 [J]. *粮食与食品工业*, 2017, 24(5): 9–12.