

水酶法提取稻米油形成乳状液的破乳技术研究

郝佳, 许朵霞, 王振华, 张敏

(北京工商大学食品与健康学院, 北京食品营养与人类健康高精尖创新中心, 北京市食品添加剂工程技术研究中心, 食品添加剂与配料北京高校工程研究中心, 北京市食品风味化学重点实验室, 食品质量与安全北京实验室, 北京 100048)

摘要:在水酶法提取稻米油的过程中,产生大量的乳状液,降低了稻米油的提取率。为了提高水酶法提取稻米油的提取率,以破乳率为指标,研究最佳乳状液破乳技术。首先优化了酶法提取稻米油的破乳时间及破乳温度,在此基础上,比较调节 pH 破乳法、CaCl₂破乳法和乙醇破乳法的破乳效果,研究最佳破乳条件下乳状液粒径、Zeta 电位的变化并观察破乳前后乳状液的微观结构。结果表明,稻米油乳状液最佳破乳工艺条件为采用调节 pH 破乳法,调节乳状液 pH 至 7,60℃下 300 r/min 搅拌 60 min。在最佳条件下,破乳率可达 93.15%。经过破乳的乳状液油滴表面的蛋白膜被破坏,油滴之间发生聚集,平均粒径增大,Zeta 电位降低。

关键词:稻米油;乳状液;水酶法;破乳技术

中图分类号:TS224.4;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2021)03-0012-06

Demulsification of the emulsion formed during aqueous enzymatic extraction of rice bran oil

HAO Jia, XU Duoxia, WANG Zhenhua, ZHANG Min

(Beijing Laboratory for Food Quality and Safety, Beijing Key Laboratory of Flavor Chemistry, Beijing Higher Institution Engineering Research Center of Food Additives and Ingredients, Beijing Engineering and Technology Research Center of Food Additives, Beijing Advanced Innovation Center for Food Nutrition and Human Health, College of Food and Health, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

Abstract: The emulsion formed during aqueous enzymatic extraction of rice bran oil reduce the oil yield. In order to increase the extraction yield of rice bran oil extracted by aqueous enzymatic method, the optimal demulsification technology of emulsion was explored with demulsification rate as an index. The demulsification time and demulsification temperature were optimized and the demulsification effects of adjusting pH, CaCl₂ and ethanol demulsification methods were compared. The changes of the particle size and Zeta potential of emulsion under the optimal demulsification process conditions were studied and the microstructure of emulsion before and after demulsification was observed. The results showed that the

optimal demulsification process conditions were as follows: with adjusting pH method, adjusting pH of emulsion to 7, stirring at 300 r/min for 60 min at 60℃. Under these conditions the demulsification rate could reach 93.15%. The protein membrane on the surface of the oil droplet was destroyed, the average particle size increased and the Zeta potential decreased.

Key words: rice bran oil; emulsion; aqueous enzymatic method; demulsification technology

收稿日期:2020-09-14;修回日期:2020-09-30

基金项目:“十三五”国家重点研发计划项目(2018YFD0401100);北京工商大学校级杰青优青培育计划项目(BTBUY2020);科技创新服务能力建设(19005902054);“十三五”时期北京市属高校高水平教师队伍支持计划(CIT & TCD201804018)

作者简介:郝佳(1995),女,在读博士,研究方向为食品添加剂(E-mail)1197887624@qq.com。

通信作者:许朵霞,副教授,博士(E-mail)xdxbtu@126.com;张敏,教授,博士(E-mail)xzm7777@sina.com。

据统计,2019年我国稻谷产量达20 960万t,居世界首位^[1]。米糠是稻谷在加工成精米时的副产物,占稻谷质量的6%~10%^[2-3]。若按2019年我国稻谷产量的90%用于加工大米,约可产米糠1 000万t。米糠中含有15%~22%的油脂^[4],若每年有一半的米糠用于制油,产油率按16%计,约可生产稻米油80万t,相当于500万t大豆的产油量,可很好地缓解我国植物油供需不平衡问题。稻米油是典型的油酸-亚油酸型植物油,同时富含维生素E、角鲨烯和植物甾醇等天然抗氧化成分,其所特有的谷维素具有抑制肿瘤生长、降低人体胆固醇水平和葡萄糖耐量等重要生理功能^[5-8]。我国是一个油料油脂加工及消费大国,因此充分利用米糠资源生产稻米油对增加食用植物油供给及促进进出口贸易具有积极意义。常见的油脂提取方法有溶剂浸出法、压榨法和水酶法,其中,水酶法具有设备简单、油脂品质高、后续不需精炼、绿色环保、对蛋白质破坏性小等优点,是一种具有广阔应用前景的提油新方法^[9-10]。

在水酶法提取稻米油过程中,油脂与蛋白质同时解离,由于蛋白质具有良好的乳化性,可吸附于油滴表面形成稳定的乳状液,包裹大量油脂,降低了稻米油提取率^[11]。因此,若要实现水酶法提油技术的产业化,必须对乳状液破乳技术进行研究,进一步提高稻米油提取率。

常见的破乳方法有物理法、化学法、酶法等。物理法能耗较高,酶法使用酶制剂,增加了生产成本。相较于物理法和酶法,化学法如调节pH、CaCl₂和乙醇破乳法具有成本低,操作简单等优点。吴海波等^[12]采用添加无机盐和调节pH对水酶法提取大豆油过程中所形成的乳状液进行破乳,结果表明破乳温度为60、70、80℃时,添加0.04 mol/L CaCl₂分别作用90、50、30 min时乳状液破乳率达100%,调节乳状液pH至3~4,50℃反应30 min可完全破乳。Fang等^[13]采用添加乙醇溶液进行破乳,结果表明,水酶法提取与破乳相结合可获得91.38%的油茶籽油收率。

关于水酶法提取稻米油形成乳状液的破乳技术研究鲜有报道。本研究首先对破乳时间和破乳温度进行优化,之后分别考察调节pH、CaCl₂和乙醇处理对破乳率的影响,以期获得最佳的破乳工艺条件。研究破乳对乳状液粒径和Zeta电位的影响,并观察破乳前后乳状液的微观结构,以期水酶法提取稻米油破乳技术提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

膨化米糠:购自黑龙江省付士米业有限公司,-20℃密封保存。

Alcalase 2.4L 碱性蛋白酶,丹麦诺维信公司;无水乙醇、石油醚、氯化钙、尼罗蓝A、尼罗红、盐酸、氢氧化钠,均为分析纯。

BJ-800A 多功能粉碎机,德清拜杰电器有限公司;TB-1102 电子天平,Denver Instrument;BSA124S-CW 分析天平,赛多利斯科学仪器北京有限公司;GHJ-6 集热式磁力搅拌恒温水浴锅;FE20 pH计,梅特勒-托利多仪器有限公司;H/T 16MM 台式高速离心机;4-16KS 低速冷冻离心机,美国Sigma公司;S3500 激光粒度分析仪,美国Microtrac公司;Nano-ZS90 Zeta 电位仪,英国Malvern公司;FV3000 激光共聚焦显微镜,日本Olympus公司。

1.2 试验方法

1.2.1 稻米油乳状液的制备

将膨化米糠粉碎后,过0.35 mm孔径(40目)筛。取100 g米糠粉,按料液比1:7.5加入超纯水,在90℃水浴中灭酶5 min,之后冷却至室温。调节pH至9.0,添加2% Alcalase 2.4L 碱性蛋白酶,在57℃下以300 r/min 搅拌酶解150 min。酶解液于10 000 r/min 离心20 min后,收集乳状液层。

1.2.2 乳状液主要成分测定

油脂含量测定,参照罗紫-哥特里(Rose-Gottlieb)法^[14];蛋白质含量测定,参照GB 5009.5—2016;水分含量测定,参照GB 5009.3—2016。

1.2.3 乳状液的破乳

将乳状液在一定温度下300 r/min 搅拌一定时间,然后在5 000 r/min 离心20 min,收集最上层游离油并称量,设置不做任何处理的初始乳状液为对照组,按式(1)计算破乳率(Y)。

$$Y = \frac{m}{m_0 \times C} \times 100\% \quad (1)$$

式中:m为游离油质量,g;m₀为乳状液质量,g;C为乳状液的含油量(以质量分数计)。

1.2.4 破乳方法研究

1.2.4.1 调节pH破乳法

用2 mol/L的HCl和2 mol/L的NaOH分别调节乳状液pH至2、3、4.5、5、7、9,按1.2.3工艺进行破乳,计算不同pH下的破乳率。设置不调节pH、其他操作相同的乳状液为对照组。

1.2.4.2 CaCl₂破乳法

将0.2 mol/L CaCl₂溶液加入乳状液中至不同

浓度,按 1.2.3 工艺进行破乳,计算不同 CaCl_2 浓度下的破乳率。设置不添加 CaCl_2 溶液、其他操作相同的乳状液为对照组。

1.2.4.3 乙醇破乳法

将无水乙醇加入乳状液中至不同体积分数,按 1.2.3 工艺进行破乳,计算不同乙醇体积分数下的破乳率。设置不添加乙醇溶液、其他操作相同的乳状液为对照组。

1.2.5 pH 对乳状液粒径的影响试验

分别调节乳状液 pH 至 2、3、4.5、5、7、9,各样品在优化的破乳温度和时间下按 1.2.3 进行破乳后,用超纯水稀释 10 倍,充分混匀后迅速通过激光粒度分析仪进行粒径分析,设定油滴的折光指数 (RI) 为 1.47,分散剂的 RI 为 1.333^[15],每个样品重复 3 次。设置不调节 pH、其他操作相同的乳状液为对照组。

1.2.6 pH 对乳状液 Zeta 电位的影响试验

分别调节乳状液 pH 至 2、3、4.5、5、7、9,各样品在优化条件破乳后,稀释 400 倍进行 Zeta 电位测定,测定温度为 25℃。设置不调节 pH、其他操作相同的乳状液为对照组。

1.2.7 乳状液微观结构变化分析

采用激光共聚焦显微镜 (CLSM) 对最佳破乳条件下破乳前后乳状液的微观结构进行研究。取 2 mL 待测样品,分别加入 10 μL 的 0.01% 尼罗蓝 A (激发波长 637 nm) 和 0.1% 尼罗红 (激发波长 488 nm)^[16],充分摇匀、制片后立即进行观察。

1.2.8 数据分析

所有样品均进行 3 次平行试验,结果表示为“平均值 \pm 标准偏差”,采用 Origin 8.5 软件处理数据和绘图,采用 SPSS 17.0 软件进行显著性分析,多组样本的分析采用 ANOVA 单因素方差分析和 Duncan 多重比较法,其中不同字母表示差异显著 ($P < 0.05$)。

2 结果与讨论

2.1 稻米油乳状液的主要成分 (见表 1)

表 1 稻米油乳状液的主要成分 %

油脂	蛋白质	水分
50.56 \pm 0.36	2.10 \pm 0.04	41.79 \pm 1.12

由表 1 可知:稻米油乳状液中蛋白质含量为 2.10%,蛋白质的存在对乳状液的形成和稳定起着主要作用^[17];油脂含量为 50.56%,表明对水酶法提取稻米油中乳状液的破乳技术研究具有重要意义。

2.2 破乳条件优化

2.2.1 破乳时间对破乳率的影响

在破乳温度为室温条件下,研究破乳时间对破

乳率的影响,结果见图 1。

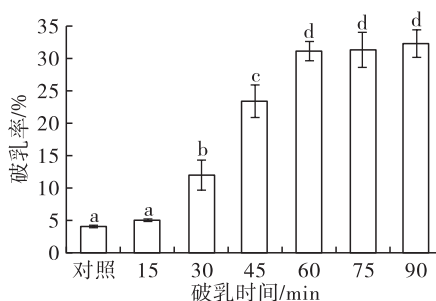


图 1 破乳时间对破乳率的影响

由图 1 可知,随着破乳时间的延长,破乳率逐渐提高,当破乳时间达到 60 min 时,破乳率最高,再延长破乳时间对破乳率并没有显著影响 ($P > 0.05$)。该研究结果与 Jung 等^[18]的研究结果一致。因此,最佳破乳时间为 60 min。

2.2.2 破乳温度对破乳率的影响

水酶法提油的温度通常不超过 60℃^[19]。本着节约能源的原则,试验选择 60℃ 为最高破乳温度。在破乳时间 60 min 条件下,研究破乳温度对破乳率的影响,结果见图 2。

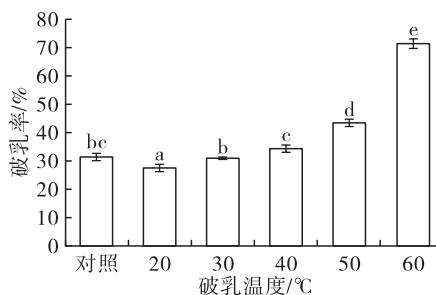


图 2 破乳温度对破乳率的影响

由图 2 可以看出,加热处理可有效提高乳状液破乳率,随着破乳温度的升高,乳状液破乳率逐渐提高,当破乳温度为 60℃ 时,破乳率可达 71.23%。加热处理可以使乳状液中粒子的布朗运动加快,减小乳状液的黏度,加剧油滴的聚结,降低乳状液的稳定性^[20-21]。因此,选择 60℃ 为最佳破乳温度。

2.2.3 破乳方法比较

在破乳温度 60℃、破乳时间 60 min 下对破乳方法进行考察。

2.2.3.1 调节 pH 破乳法的影响 (见图 3)

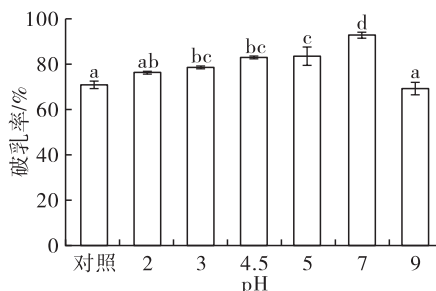


图 3 不同 pH 下的破乳率

对照组的初始 pH 在 8.33 ~ 8.63。由图 3 可以看出,随着乳状液 pH 的升高,破乳率也逐渐增加,当 pH 为 7 时,破乳率最高,为 93.15%,但是当 pH 继续增加至 9 时,破乳率下降。已有研究表明,水酶法提取大豆油中乳状液 pH 调节至 3 ~ 4.5 时,乳状液可以实现完全破乳,这是因为此时乳状液的 pH 接近大豆蛋白的等电点 (pH 4.5),蛋白质发生聚集,破坏了包裹在油滴表面完整的蛋白膜结构^[12, 22]。朱敏敏^[23]在研究水酶法提取番茄籽油破乳工艺中发现,当乳状液 pH 为 11 时,得油率最高。同样采用调节 pH 破坏乳状液的稳定性,但破乳效果却存在明显差异,这是因为原料、粉碎方式及所用酶制剂都会对乳状液的稳定性产生影响^[24]。

2.2.3.2 CaCl₂破乳法的影响(见图 4)

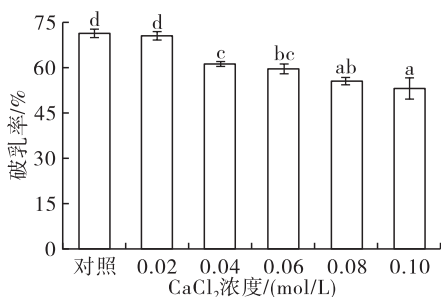


图 4 CaCl₂浓度对破乳率的影响

乳状液界面蛋白质存在双电层,会发生静电排斥作用,使油滴无法聚合,乳状液保持稳定。当加入 CaCl₂时,CaCl₂可解离出 Ca²⁺,中和蛋白质所带负电荷,破坏蛋白质的双电层结构,促使油滴间聚集导致破乳。由图 4 可知,添加 CaCl₂溶液并没有提高破乳率,反而乳状液的破乳率随 CaCl₂浓度的增加而减小,这与吴海波等^[12]的研究结果不一致,原因可能是 Ca²⁺虽可促使蛋白质分子间发生交联,但是交联的形成也截留了大量油脂,降低了乳状液的破乳率^[25],同时也表明破乳方法对不同乳状液的破乳效果不同。总之,CaCl₂对水酶法提取稻米油过程形成的乳状液破乳率影响不大,无法实现所期望的高破乳率。

2.2.3.3 乙醇破乳法的影响(见图 5)

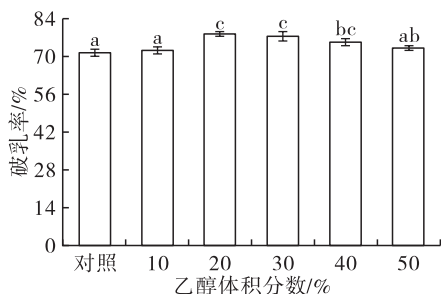


图 5 乙醇体积分数对破乳率的影响

乙醇属于水溶性破乳剂,破乳机理在于乙醇的

亲水性对构成界面膜的蛋白质的亲水端具有吸附力,能破坏界面膜的稳定性,使乳状液失稳^[26],同时乙醇能够使乳状液中起乳化作用的蛋白质变性,使乳状液破乳,释放其中的油脂^[27]。由图 5 可知,随着乙醇体积分数的增加,破乳率呈先升高后降低的趋势。乙醇体积分数为 20% 时破乳效果最好,破乳率为 78.27%,当乙醇体积分数超过 20% 时,破乳率开始逐渐降低,这可能是由于用 20% 乙醇处理会使得油水两相界面张力接近于 0,当乙醇体积分数逐渐偏离 20% 时,油水两相界面张力差异会逐渐增大,因而破乳率逐渐变小^[28]。

综上,通过考察调节 pH,添加 CaCl₂、乙醇溶液 3 种破乳方法的破乳效果,选择调节 pH 破乳法。确定的稻米油乳状液最佳破乳工艺条件为采用调节 pH 破乳法,调节乳状液 pH 至 7,60 °C 下 300 r/min 搅拌 60 min。

2.3 pH 对乳状液粒径的影响(见图 6)

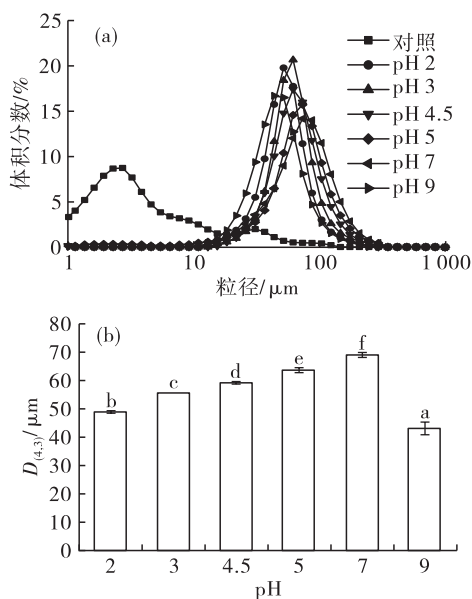


图 6 pH 对乳状液粒径分布 (a) 与平均粒径 (b) 的影响

由图 6(a) 可知,对照组的粒径呈双峰分布,主要集中在 1 ~ 10 μm 和 10 ~ 100 μm,且在 1 ~ 10 μm 范围内油滴占比为 (86.5 ± 0.67)%,说明此时乳状液中油滴较小且分布不均匀。随着 pH 的升高,有效地促进了乳状液中小油滴的聚集,破坏了乳状液的稳定性,使得粒径呈单峰分布。由图 6(b) 可知,当乳状液 pH 为 7 时,油滴的平均粒径最大,此时乳状液最不稳定,破乳率最高。当 pH 为 9 时,平均粒径变小,乳状液稳定性良好,这说明碱性条件下不利于乳状液破乳。

2.4 pH 对乳状液 Zeta 电位的影响(见图 7)

由图 7 可知,对照组乳状液所带负电荷最高,随

着 pH 的降低,乳状液所带电荷量逐渐减少。通常情况下,乳状液所带电荷量越低,稳定性越差,当位于乳状液蛋白等电点(pH 3~5),电位接近于 0 时,蛋白质间静电斥力消失,油滴之间相互聚集,破乳率最高。在本研究中,乳状液 pH 在 3~5 时,Zeta 电位均为负值,而 pH 为 7 时,破乳率最高,但 Zeta 电位值为 -55.30 mV。同时发现,pH 处理的水酶法提取稻米油过程中乳状液的 Zeta 电位值高于水酶法提取大豆油^[15]、南瓜籽油^[29]、花生油^[30]过程中乳状液的 Zeta 电位值,原因可能是不同的反应体系,所带电荷也不同,因此与文献报道的趋势不同,这也表明水酶法提取稻米油形成乳状液更加稳定,不容易破乳。

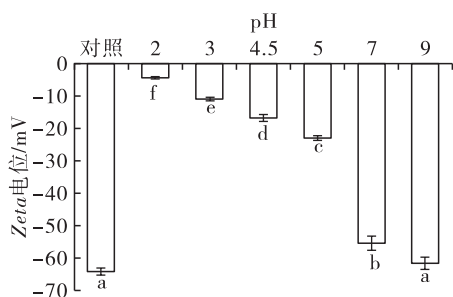
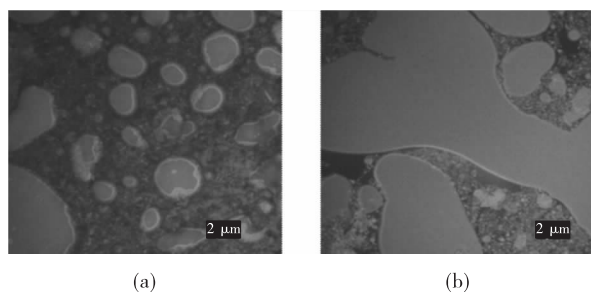


图 7 pH 对乳状液 Zeta 电位的影响

2.5 破乳前后乳状液微观结构变化

用尼罗红和尼罗蓝 A 分别对破乳前后乳状液中的油脂和蛋白质染色后,通过 CLSM 观察乳状液的微观结构,结果见图 8。



注:(a)破乳前乳状液;(b)破乳后乳状液;放大倍数为 60×。

图 8 破乳前后乳状液的微观结构

由图 8(a)可知,水酶法提取稻米油形成的乳状液中小油滴分布均匀,同时表面被一层蛋白质组成的界面膜包裹。破乳后乳状液油滴表面的蛋白膜被破坏,油脂被释放,小油滴聚集为大油滴,粒径明显增大(见图 8(b))。

3 结论

针对水酶法提取稻米油过程中所形成的乳状液,探索最佳乳状液破乳技术。通过研究破乳温度、破乳时间、破乳方法对乳状液稳定性的影响,最终确

定水酶法提取稻米油形成乳状液的最佳破乳工艺条件为采用调节 pH 破乳法,调节乳状液 pH 至 7,60℃下 300 r/min 搅拌 60 min,在最佳条件下破乳率可达到 93.15%。通过最佳破乳工艺处理的乳状液油滴表面的蛋白膜被破坏,小油滴发生聚集,粒径呈单峰分布,平均粒径增大,Zeta 电位降低。

参考文献:

- [1] 王瑞元. 长足发展的中国稻米油生产与装备制造业[J]. 中国油脂, 2019, 44(10): 1-3.
- [2] CAPELLINI M C, GIACOMINI V, CUEVAS M S, et al. Rice bran oil extraction using alcoholic solvents; physicochemical characterization of oil and protein fraction functionality[J]. Ind Crop Prod, 2017, 104: 133-143.
- [3] 仇梓冰, 刘法显, 付磊, 等. 超声波辅助水酶法提取米糠油的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2016, 37(9): 250-255.
- [4] 刘春雷, 李丹, 王腾宇, 等. 响应面优化水酶法提取米糠油工艺的研究[J]. 食品工业, 2011, 32(12): 46-49.
- [5] 刘大川, 李从军. 米糠油的营养特性及精炼新工艺[J]. 中国油脂, 2014, 39(2): 13-16.
- [6] 肖竹钱, 赵优萍, 范煜, 等. 不同制备方法对米糠油品质影响及米糠蛋白的氨基酸组成分析[J]. 中国油脂, 2018, 43(11): 39-44.
- [7] DEVARAJAN S, CHATTERJEE B, URATA H, et al. A blend of sesame and rice bran oils lowers hyperglycemia and improves the lipids[J]. Am J Med, 2016, 129(7): 731-739.
- [8] 姚梅桑. 米糠油的制备及其抗氧化活性研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2008.
- [9] 王欢, 李杨, 江连洲, 等. 水酶法提取火麻籽油的工艺优化及其脂肪酸组成分析[J]. 食品科学, 2013, 34(22): 27-32.
- [10] 季泽峰, 方学智, 宋丽丽, 等. 水酶法提取山核桃油工艺及其对油脂品质影响[J]. 食品工业, 2019, 40(2): 73-77.
- [11] WU L, WANG L, QI B, et al. 3D confocal Raman imaging of oil-rich emulsion from enzyme-assisted aqueous extraction of extruded soybean powder[J]. Food Chem, 2018, 249: 16-21.
- [12] 吴海波, 江连洲. CaCl₂ 和 pH 值对水酶法提取大豆油形成乳状液破乳效果影响[J]. 农业工程学报, 2018, 34(23): 299-306.
- [13] FANG X, FEI X, SUN H, et al. Aqueous enzymatic extraction and demulsification of Camellia seed oil (*Camellia oleifera* Abel.) and the oil's physicochemical properties[J]. Eur J Lipid Sci Tech, 2016, 118(2): 244-251.

- [14] 穆华荣. 食品分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
- [15] 胡森, 齐宝坤, 谢凤英, 等. pH对水酶法大豆乳状液稳定性影响的机理研究[J]. 中国油脂, 2019, 44(3): 30-35.
- [16] LI P, GASMAILA M A A, LIU J, et al. Characterization and demulsification of cream emulsion from aqueous extraction of peanut [J]. J Food Eng, 2016, 185: 62-71.
- [17] 邓博心. 预烘烤对花生水酶法制油油脂释放行为及品质的影响[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2018.
- [18] JUNG S, MAURER D, JOHNSON L A. Factors affecting emulsion stability and quality of oil recovered from enzyme - assisted aqueous extraction of soybeans [J]. Bioresour Technol, 2009, 100(21): 5340-5347.
- [19] 杨瑞金, 倪双双, 张文斌, 等. 水媒法提取食用油技术研究进展[J]. 农业工程学报, 2016, 32(9): 308-314.
- [20] 王瑛瑶. 水酶法从花生中提取油与水解蛋白的研究[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2005.
- [21] 刘媛媛. 水媒法提取葵花籽油与蛋白质[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2016.
- [22] WU J, JOHNSON L A, JUNG S. Demulsification of oil - rich emulsion from enzyme - assisted aqueous extraction of extruded soybean flakes [J]. Bioresour Technol, 2009, 100(2): 527-533.
- [23] 朱敏敏. 水酶法提取番茄籽油及其破乳工艺的研究[D]. 新疆 石河子: 石河子大学, 2017.
- [24] CHABRAND R M, GLATZ C E. Destabilization of the emulsion formed during the enzyme - assisted aqueous extraction of oil from soybean flour [J]. Enzyme Microb Technol, 2009, 45(1): 28-35.
- [25] ARFAT Y A, BENJAKUL S. Impact of zinc salts on heat - induced aggregation of natural actomyosin from yellow stripe trevally [J]. Food Chem, 2012, 135(4): 2721-2727.
- [26] 王丽媛. 水酶法制取鳄梨油研究及副产物的开发利用[D]. 南宁: 广西大学, 2018.
- [27] 刘琪. 酶辅助醇法同步提取大豆油脂和蛋白的关键技术及机理研究[C]//中国食品科学技术学会论文集. 上海: 中国食品科学技术学会, 2011.
- [28] 田凌宇. 低温碱提水代法逆流提取油菜籽油和蛋白质[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2019.
- [29] 张根生, 杨慧铎, 岳晓霞, 等. 水酶法提取南瓜籽油过程中乳状液酶法联合化学法破乳工艺研究[J]. 食品与机械, 2018, 34(10): 139-144.
- [30] 李鹏飞. 水酶法提取花生油及蛋白质[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2017.

(上接第11页)

- [2] RIOCELESTINO M D, FONT R, DE HAROBAILON A, et al. Distribution of fatty acids in edible organs and seed fractions of borage (*Borago officinalis* L.) [J]. J Sci Food Agric, 2008, 88(2): 248-255.
- [3] 李童, 束成杰, 尹永祺, 等. 响应面法优化琉璃苣籽油提取工艺及其脂肪酸成分的测定[J]. 江苏农业学报, 2017, 33(4): 914-920.
- [4] 任飞, 韩发, 石丽娜, 等. 超临界 CO₂ 流体萃取琉璃苣籽油及其脂肪酸分析[J]. 中国油脂, 2010, 35(8): 20-23.
- [5] SOTO C, CONCHA J, ZUNIGA M E, et al. Antioxidant content of oil and defatted meal obtained from borage seeds by an enzymatic - aided cold pressing process [J]. Process Biochem, 2008, 43(6): 696-699.
- [6] SHAH S, SHARMA A, GUPTA M N, et al. Extraction of oil from *Jatropha curcas* L. seed kernels by enzyme assisted three phase partitioning [J]. Ind Crop Prod, 2004, 20(3): 275-279.
- [7] DUTTA R, SARKAR U, MUKHERJEE A. Process optimization for the extraction of oil from *Crotalaria juncea* using three phase partitioning [J]. Ind Crops Prod, 2015, 71: 89-96.
- [8] 张卫国, 卢春花. 三相分配法从茶籽中提取油脂的研究[J]. 食品工业, 2011(3): 86-88.
- [9] LI Z B, LI Y, ZHANG X, et al. Lipid extraction from non - broken and high water content microalgae *Chlorella* spp. by three - phase partitioning [J]. Algal Res, 2015, 10: 218-223.
- [10] VIDHATE G S, SINGHAL R S. Extraction of cocoa butter alternative from kokum (*Garcinia indica*) kernel by three phase partitioning [J]. J Food Eng, 2013, 117(4): 464-466.
- [11] 刘雷, 陈星, 邹险峰, 等. 超声波辅助三相分离技术提取油莎豆油及淀粉的工艺研究[J]. 农业机械, 2012(9): 36-38.
- [12] DENNISON C, LOVRIEN R. Three phase partitioning: concentration and purification of proteins [J]. Protein Expr Purif, 1997, 11(2): 149-161.