

尿素包合法富集纯化杜仲籽油 α -亚麻酸的工艺优化

孙兰萍¹, 许 晖², 马 龙², 赵大庆²

(1. 蚌埠学院应用化学与环境工程系, 安徽蚌埠 233000;

2. 蚌埠学院生物与食品工程系, 安徽蚌埠 233000)

摘 要: 采用二次正交旋转组合设计, 对尿素包合法富集纯化杜仲籽油中 α -亚麻酸的工艺进行了优化研究。在单因素实验的基础上, 以 α -亚麻酸纯度为考察指标, 考察了尿素与脂肪酸质量比、95% 乙醇与脂肪酸质量比、包合温度、包合时间等四个实验因素对 α -亚麻酸富集效果的影响, 建立了二次多元回归方程预测模型。实验结果表明 α -亚麻酸最佳富集工艺条件为: 尿素与脂肪酸质量比为 3:1, 95% 乙醇与脂肪酸质量比为 9:1, 包合温度为 -9.0°C , 包合时间为 17.0h。在此最佳富集条件下, α -亚麻酸纯度可提高至 82.63%。尿素包合法是富集纯化杜仲籽油 α -亚麻酸的有效方法。

关键词: 杜仲籽油, α -亚麻酸, 尿素包合法, 富集, 纯化, 二次正交旋转组合设计

Optimization of enrichment and purification technology of α -linolenic acid in Eucommia seed oil by the urea adduction fractionation method

SUN Lan-ping¹, XU Hui², MA Long², ZHAO Da-qing²

(1. Department of Applied Chemistry and Environmental Engineering, Bengbu College, Bengbu 233000, China;

2. Department of Biological and Food Engineering, Bengbu College, Bengbu 233000, China)

Abstract: Quadratic rotation - orthogonal combination design was applied to optimize the enrichment and purification techniques of α -linolenic acid in Eucommia ulmoides seed oil by the method of urea adduction fractionation. By taking α -linolenic acid purity as the investigation index, the effects of four process parameters named ratio of urea to fatty acid, ratio of 95% ethanol to fatty acid, inclusion temperature and inclusion time on the enrichment results were investigated and the two times multiple regression equation model of α -linolenic acid purity was established based on the single factor experiments. The results showed that the optimum levels of the four parameters were as follows: 3:1, 9:1, -9.0°C and 17.0h, respectively. Under the optimum enrichment conditions, the purity of α -linolenic acid was up to 82.63%. Urea adduction fractionation was an effective method for the enrichment of α -linolenic acid in Eucommia ulmoides seed oil.

Key words: Eucommia ulmoides seed oil; α -linolenic acid; urea adduction fractionation; enrichment; purification; quadratic rotation-orthogonal combination design

中图分类号: TS221

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2013)11-0218-05

杜仲是我国特有的木本植物和经济林树种。杜仲籽是杜仲种植业的副产品, 我国现有杜仲种植面积超过 30 余万公顷, 杜仲籽资源十分丰富。杜仲籽的含油量一般在 27%~33%, 杜仲籽油中富含多不饱和脂肪酸, 其中 α -亚麻酸更是达 61%~63%^[1], 是迄今发现的一种与苏籽油成分相仿的, 高 α -亚麻酸含

量的天然植物油。在国外 α -亚麻酸含量较多的亚麻籽油和紫苏籽油已进入保健食品市场。德国、美国、日本等国也将 α -亚麻酸及其衍生物作为药物或食品添加剂, 用来预防和治疗高血压、高血脂、癌症等多种疾病。综上所述, 从杜仲籽中提取杜仲籽油, 再对其中的 α -亚麻酸进行纯化富集, 对杜仲深加工及杜仲资源综合利用具有重大意义。 α -亚麻酸的富集纯化方法主要有低温结晶法、尿素包合法、分子蒸馏法、银离子络合法、柱色谱法、吸附分离法、超临界流体精馏法等^[2]。其中, 尿素包合法工艺简单, 操作简便, 包合过程在低温和惰性气氛下进行, 确保了 α -亚麻酸的生理活性。本实验以尿素包合法富集纯化杜仲籽油 α -亚麻酸, 采用二次正交旋转组合设计, 分析建立 α -亚麻酸纯度的二次多元回归方程

收稿日期: 2013-01-08

作者简介: 孙兰萍 (1968-), 女, 硕士, 副教授, 研究方向: 天然产物提取纯化及综合利用。

基金项目: 安徽省高等学校省级自然科学研究重点项目 (KJ2011Z240); 安徽省教育厅食品科学与工程省级特色专业 (20101091); 安徽省教育厅食品科学与工程省级教学团队 (20101094)。

表1 二次正交旋转组合设计中各变量的编码及因素水平

Table 1 Codes and actual levels of independent variables in quadratic rotation-orthogonal combination design

因素	水平				
	-2	-1	0	1	2
X ₁ 尿素与脂肪酸的质量比	2:1	2.5:1	3:1	3.5:1	4:1
X ₂ 95%乙醇与脂肪酸的质量比	4:1	6:1	8:1	10:1	12:1
X ₃ 包合温度(℃)	-20	-10	0	10	20
X ₄ 包合时间(h)	8	12	16	20	24

预测模型,以期为高含量 α-亚麻酸的工业化生产提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

杜仲籽油(α-亚麻酸含量 58.86%) 五台县五台山沙棘制品有限公司(超临界 CO₂ 萃取获得); α-亚麻酸甲酯对照品 Sigma 公司;NaOH、KOH、石油醚(30~60℃)、正己烷、尿素、无水乙醇、无水甲醇、95%乙醇、浓盐酸、NaCl、无水硫酸钠 均为分析纯。

SP-6800A 气相色谱仪 山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司;UV1102 紫外可见分光光度计 上海天美科学仪器有限公司;RE52CS 旋转蒸发仪 苏州江东精密仪器有限公司;SHB-ⅢA 循环水式多用真空泵 河南太康科教器材厂;FA2004 电子天平 上海舜宇恒平科学仪器有限公司;DZF-6051 型真空干燥箱 上海三发科学仪器有限公司;DK-98-1 型恒温水浴锅 天津市泰斯特仪器有限公司;冰箱。

1.2 实验方法

1.2.1 杜仲籽油混合脂肪酸的制备^[3-8] 称取一定量的杜仲籽油,按 1:6(V/V)比例加入 1.0mol/L 的 NaOH-乙醇溶液,置于 500mL 三口烧瓶中,在 60℃ 的水浴中加热回流(N₂ 保护),磁力搅拌 1h,得皂化液,加入少量石油醚萃取除去不皂化物,冷却至室温后置于冰箱中,使皂析出,过滤得皂化物,加入适量水使生成的少量皂完全溶解,用 6.0mol/L 的 HCl 溶液酸化混合液至 pH2~3,加入石油醚,充分搅拌,静置分层,分取上层石油醚相,水层加石油醚萃取 3 次,合并有机相。有机相以 5% NaCl 水溶液水洗至中性,加入无水硫酸钠脱水,抽滤,旋蒸,回收石油醚,得到杜仲籽油混合脂肪酸。

1.2.2 α-亚麻酸含量的检测方法——气相色谱分析法^[4,9-12] 采用气相色谱法测定样品中的脂肪酸组成,以峰面积归一化法计算 α-亚麻酸的纯度。

1.2.2.1 气相色谱条件 HP-WAX 柱(30m × 0.25mm,0.5μm);载气为高纯氮气,氮气流速 25mL/min;检测器为氢火焰离子化检测器(FID),氢气流速 30mL/min,空气流速 300mL/min;柱温:起始温度 200℃,恒温 2min,以 15℃/min 程序升温至 260℃,保持 5min;进样器温度为 260℃;检测器温度为 260℃;分流比为 50:1;进样量 1.0μL。

1.2.2.2 杜仲籽油甲酯化 称取约 0.2g 杜仲籽油置于 25mL 具塞试管中,加入 2mL 石油醚-苯(V:V = 1:1)溶解,再加入 0.2 mol/L KOH-甲醇溶液 5mL,于 50℃ 水浴中震荡反应 30min,冷却,加入 2mL 饱

NaCl 溶液,混匀后静置 10min 分层,取上清液,加入少量无水硫酸钠,离心,取上清液。

1.2.2.3 混合脂肪酸甲酯化 取混合脂肪酸样品 0.2g,置于 25mL 具塞试管中,加入 0.2mol/L KOH-甲醇溶液 5mL,于 50℃ 水浴中震荡反应 30min,冷却,加入石油醚 5mL、饱和 NaCl 溶液 2mL,震荡 10min,静置分层,取上清液,加入无水硫酸钠少许,离心,取上清液。

1.2.3 杜仲籽油 α-亚麻酸尿素包合方法^[4-6,8,13-15] 按实验方案预先设定的比例,将一定量的尿素和 95%乙醇加入到 500mL 三口烧瓶中,于 60℃ 水浴中磁力搅拌并加热回流,至尿素溶解完全后,加入一定量的已在 60℃ 水浴中预热过的杜仲籽油混合脂肪酸(N₂ 保护),反应混合物于 60℃ 加热回流并磁力搅拌至变成澄清透明溶液后,于室温下冷却 30 min,后在预先设定的温度下进行包合反应。包合一定的时间后取出迅速减压抽滤,用 95%的乙醇清洗结晶体,滤液移入分液漏斗,加入适量石油醚,用 10%的 HCl 溶液酸化滤液至 pH2~3,再加入适量水,充分萃取,分取有机相,用石油醚多次萃取水相,弃去水层,合并有机相,有机相以 5% NaCl 水溶液水洗至中性,加入少量无水硫酸钠脱水,抽滤,旋转蒸发回收溶剂,得到富集的不饱和脂肪酸。

1.2.4 杜仲籽油 α-亚麻酸尿素包合工艺的优化 根据前期单因素实验的结果,分别选取尿素与脂肪酸质量比、95%乙醇与脂肪酸质量比、包合温度以及包合时间为 4 个实验因素,以 α-亚麻酸纯度为考察指标,采用二次正交旋转组合设计,设计 4 因素 4 水平的二次正交旋转组合实验,以优化确定最佳尿素包合工艺参数。确定尿素与脂肪酸质量比(X₁)、95%乙醇与脂肪酸质量比(X₂)、包合温度(X₃)以及包合时间(X₄)的零水平分别为 3:1、8:1、0℃ 和 16h。二次正交旋转组合设计中各变量的编码和相应的因素水平值见表 1。采用 DPS 7.05 数据处理软件对实验结果进行统计分析,并进行工艺参数优化。

2 结果与分析

2.1 二次正交旋转组合设计实验结果

二次正交旋转组合设计实验方案及结果如表 2 所示。

2.2 回归模型方程的建立与显著性检验

采用 DPS 7.05 数据处理软件对表 2 中的实验结果进行二次多项式逐步回归分析,计算出回归模型方程的各项系数,从而得到 α-亚麻酸纯度(Y)的回归模型方程如下:

$$Y = 81.09167 + 1.48000X_1 + 1.61500X_2 - 3.23333X_3 + 0.84833X_4 - 0.75896X_1^2 - 1.00146X_2^2 - 1.47146X_3^2 - 1.39271X_4^2 - 0.37750X_1X_2 + 1.38500X_1X_3 + 0.25125X_1X_4 + 0.58250X_2X_3 - 0.25625X_2X_4 - 0.28875X_3X_4 \quad \text{式(1)}$$

表2 二次正交旋转组合设计实验方案及结果

Table 2 Quadratic rotation-orthogonal combination experimental design scheme and results

实验号	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	α-亚麻酸 纯度(%)
1	1	1	1	1	78.32
2	1	1	1	-1	76.43
3	1	1	-1	1	81.35
4	1	1	-1	-1	79.65
5	1	-1	1	1	72.86
6	1	-1	1	-1	73.65
7	1	-1	-1	1	81.56
8	1	-1	-1	-1	77.31
9	-1	1	1	1	71.56
10	-1	1	1	-1	72.56
11	-1	1	-1	1	81.65
12	-1	1	-1	-1	81.25
13	-1	-1	1	1	68.47
14	-1	-1	1	-1	65.84
15	-1	-1	-1	1	78.65
16	-1	-1	-1	-1	77.65
17	-2	0	0	0	75.64
18	2	0	0	0	81.65
19	0	-2	0	0	74.68
20	0	2	0	0	80.67
21	0	0	-2	0	80.35
22	0	0	2	0	71.24
23	0	0	0	-2	73.54
24	0	0	0	2	78.68
25	0	0	0	0	82.36
26	0	0	0	0	81.74
27	0	0	0	0	81.35
28	0	0	0	0	82.35
29	0	0	0	0	80.86
30	0	0	0	0	80.65
31	0	0	0	0	81.42
32	0	0	0	0	82.32
33	0	0	0	0	80.45
34	0	0	0	0	79.84
35	0	0	0	0	79.41
36	0	0	0	0	80.35

为检验回归模型方程(1)的有效性,按 $F_1 = \text{失拟均方}/\text{误差均方}$, $F_2 = \text{回归均方}/\text{剩余均方}$,进行二次 F 检验。实验结果方差分析如表3所示。

由表3可知,回归模型方程的失拟性检验 $F_1 = 2.57135 < F_{0.05}(10,11) = 2.85$ 及 $F_{0.01}(10,11) = 4.54$,失拟不显著,说明所建立的二次回归模型是适当的,模型方程与实际情况拟合较好;回归方程显著性检

验 $F_2 = 25.02630 > F_{0.01}(14,21) = 3.07$ 及 $F_{0.05}(14,21) = 2.20$,检验极显著,说明该模型方程与实际情况吻合很好,模型成立。对回归系数进行显著性检验,在 $\alpha = 0.05$ 显著水平剔除不显著项后,得到简化后的回归模型方程为:

$$Y = 81.09167 + 1.48000X_1 + 1.61500X_2 - 3.23333X_3 + 0.84833X_4 - 0.75896X_1^2 - 1.00146X_2^2 - 1.47146X_3^2 - 1.39271X_4^2 + 1.38500X_1X_3 \quad \text{式(2)}$$

2.3 回归模型方程的解析

2.3.1 单因素效应分析 采用降维分析法,将回归得到的简化模型方程(2)的四个因素中任意三个固定在零水平,对单因素进行效应分析,结果见表4及图1。

表4 单因素效应分析

Table 4 Effective analysis of single factor

水平	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
-2	75.0960	73.8560	81.6720	73.8240
-1.5	77.1640	76.4160	82.6310	76.6860
-1	78.8530	78.4750	82.8540	78.8510
-0.5	80.1620	80.0340	82.3400	80.3190
0	81.0920	81.0920	81.0920	81.0920
0.5	81.6420	81.6490	79.1070	81.1680
1	81.8130	81.7050	76.3870	80.5470
1.5	81.6040	81.2610	72.9310	79.2310
2	81.0160	80.3160	68.7390	77.2180

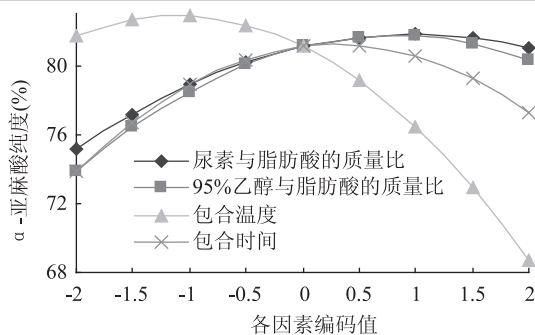


图1 各单因素与α-亚麻酸纯度(%)关系曲线

Fig.1 The relationship curves of single factors to the purity of α-linolenic acid(%)

由表4及图1可知,尿素与脂肪酸的质量比(X_1)、95%乙醇与脂肪酸的质量比(X_2)以及包含时间(X_4)3个影响因素在-2到2水平上变化时,α-亚麻酸纯度首先随着因素水平值的增加而增加,至最大值后,又随着因素水平值的进一步增加而有所减小;而包含温度(X_3)影响因素在-2到-1水平上时,随着因素水平值的增加,α-亚麻酸纯度呈小幅度缓慢上升,包含温度变化对α-亚麻酸纯度的影响不太明显,在-1到2水平上时,随着包含温度因素水平值的增加,α-亚麻酸纯度则明显下降。上述各单因素变化趋势与前期单因素实验的结果基本吻合。

此外,由图1可知,在处于-2~2水平区间时,各影响因素 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 与 α-亚麻酸纯度关系曲线中,包含温度(X_3)与α-亚麻酸纯度的关系曲线最接近线性关系,表明包含温度(X_3)对α-亚麻酸纯度的

表 3 二次正交旋转组合设计实验结果方差分析

Table 3 Variance analysis for the experimental results of quadratic rotation-orthogonal combination design

变异来源	平方和	自由度	均方	比值 F	p 值	显著性
X ₁	52.5696	1	52.5696	30.3428	0.0001	***
X ₂	62.5974	1	62.5974	36.1307	0.0001	***
X ₃	250.9067	1	250.9067	144.8214	0.0001	***
X ₄	17.2721	1	17.2721	9.9693	0.0047	**
X ₁ ²	18.4326	1	18.4326	10.6391	0.0037	**
X ₂ ²	32.0934	1	32.0934	18.5241	0.0003	***
X ₃ ²	69.2861	1	69.2861	39.9914	0.0001	***
X ₄ ²	62.0684	1	62.0684	35.8254	0.0001	***
X ₁ X ₂	2.2801	1	2.2801	1.3161	0.2642	
X ₁ X ₃	30.6916	1	30.6916	17.7150	0.0004	***
X ₁ X ₄	1.0100	1	1.0100	0.5830	0.4536	
X ₂ X ₃	5.4289	1	5.4289	3.1335	0.0912	
X ₂ X ₄	1.0506	1	1.0506	0.6064	0.4448	
X ₃ X ₄	1.3340	1	1.3340	0.7700	0.3901	
回归	607.0214	14	43.3587	F ₂ = 25.02630	0.0001	
剩余	36.3830	21	1.7325			
失拟	25.4821	10	2.5482	F ₁ = 2.57135	0.0328	
误差	10.9010	11	0.9910			
总和	643.4044	35				

注：* 表示 $p < 0.05$ ；** 表示 $p < 0.01$ ；*** 表示 $p < 0.001$ 。

表 5 各变量 X_i 取值频率分布

Table 5 Probability distribution of each variable X_i

水平	X ₁		X ₂		X ₃		X ₄	
	次数	频率	次数	频率	次数	频率	次数	频率
-2	17	0.1223	0	0.0000	42	0.3022	0	0.0000
-1	31	0.2230	16	0.1151	53	0.3813	27	0.1942
0	36	0.2590	42	0.3022	36	0.2590	53	0.3813
+1	34	0.2446	46	0.3309	8	0.0576	48	0.3453
+2	21	0.1511	35	0.2518	0	0.0000	11	0.0791
加权均数	0.0790		0.719		-0.9280		0.3090	
标准误差	0.1060		0.0820		0.0750		0.0740	
95% 置信区间	-0.128~0.286		0.559~0.880		-1.075~-0.781		0.164~0.454	
包合参数范围	2.936:1~3.143:1		9.118:1~9.76:1		-10.75~-7.81℃		16.656~17.816h	
最佳包合参数	3.0395:1		9.438:1		-9.28℃		17.236h	

影响最为显著,与由表 3 中 F 值导出的结论一致。由表 3 中 F 值大小可知,各影响因素 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 对 α -亚麻酸纯度影响的主次顺序依次为:包合温度(X_3)>95%乙醇与脂肪酸的质量比(X_2)>尿素与脂肪酸的质量比(X_1)>包合时间(X_4)。

2.3.2 各因素之间的两两交互作用效应分析 将回归得到的简化模型方程(2)的四个因素中任意两个固定在零水平,考察四个因素中两两间的交互作用,可分别做出其相应的响应面图。

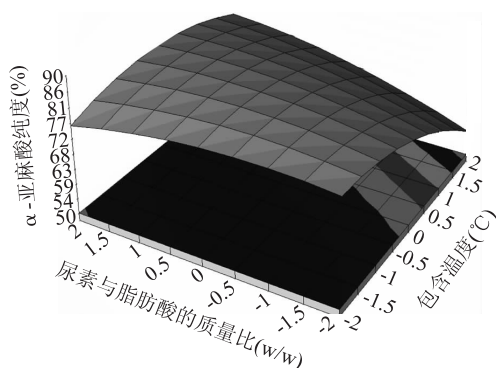
观察各相应面图并结合表 3 中 X_1X_2 、 X_1X_3 、 X_1X_4 、 X_2X_3 、 X_2X_4 、 X_3X_4 各项 p 值的大小可知,回归得到的模型方程(1)中,具有显著性($p < 0.05$)的交互作用项仅有 X_1X_3 ,见图 2。由图 2 可知,在尿素与脂肪酸的质量比(X_1)一定时,随着包合温度(X_3)的逐渐升高, α -亚麻酸纯度先短暂小幅度缓慢上升后即

大幅度明显下降,表明包合温度的改变对 α -亚麻酸纯度的影响显著,随着包合温度的升高, α -亚麻酸纯度整体上呈下降趋势。而在一定包合温度下,随着尿素与脂肪酸质量比的增加, α -亚麻酸的纯度也相应增加,但 α -亚麻酸的纯度增至最大值后,随着尿素与脂肪酸质量比的进一步增大, α -亚麻酸的纯度则反而有所下降。当尿素与脂肪酸的质量比(X_1)位于-1.5~1.5 水平,包合温度(X_3)位于-2~0.5 水平时, α -亚麻酸的纯度相对较高。

2.4 包合工艺参数的优化

为了获得最佳包合工艺参数,对实验数据进行频数分析。选取 α -亚麻酸纯度大于 78.01% 的 139 个方案进行频数分析,得到 95% 的置信区间如表 5 所示。

由表 5 可知,尿素包合法富集纯化 α -亚麻酸的

图2 尿素与脂肪酸的质量比(X_1)与包含温度(X_3)的交互作用Fig.2 The interaction of urea-fatty acid ratio(X_1) and inclusion temperature(X_3)

最佳包含工艺参数范围分别为:尿素与脂肪酸质量比为 2.936:1~3.143:1,95%乙醇与脂肪酸质量比为 9.118:1~9.76:1,包含温度为-10.75~-7.81℃,包含时间为 16.656~17.816h。在此包含参数范围内,富集纯化获得的 α -亚麻酸的纯度均大于 78.01%。考虑到生产实际的可操作性,可将最佳包含工艺条件定为:尿素与脂肪酸质量比为 3:1,95%乙醇与脂肪酸质量比为 9:1,包含温度为-9.0℃,包含时间为 17.0h。

2.5 回归模型方程的验证

为检验二次正交旋转组合设计分析得到的回归模型方程的可靠性,选取优化获得的最佳包含工艺参数进行 3 组平行验证实验,并在对应条件下用回归方程(2)求出 α -亚麻酸纯度的理论预测值,与实验实测值比较。结果见表 6。

由表 6 可知,实验实测值与理论预测值相比,其平均绝对误差仅为-0.98%。验证实验结果表明,利用二次正交旋转组合设计回归得到的模型方程是可靠的,其拟合结果具有一定的实践指导意义。

表6 验证实验结果

Table 6 Results of validation experiments

实验号	α -亚麻酸		绝对误差 (%)	平均值	平均误差
	纯度 (%)	纯度 (%)			
	预测值	实际值			
1	83.61	82.40	-1.21	82.63	-0.98
2	83.61	82.60	-1.01		
3	83.61	82.90	-0.7198		

3 结论

3.1 杜仲籽油富含 α -亚麻酸,是 α -亚麻酸的理想来源。本研究首次尝试利用杜仲籽油生产高 α -亚麻酸含量的产品,为 α -亚麻酸保健品的生产及杜仲

籽的深加工及综合利用提供了新的途径。

3.2 实验结果表明,尿素包合法富集纯化杜仲籽油 α -亚麻酸的最佳工艺条件是:尿素与脂肪酸质量比为 3:1,95%乙醇与脂肪酸质量比为 9:1,包含温度为-9.0℃,包含时间为 17.0h。最佳包含工艺条件下, α -亚麻酸的纯度可达 82.63%,与理论预测值 83.61%相比仅相差-0.98%。

3.3 本纯化富集工艺简单,条件温和,且所用试剂价廉易得,均可回收再利用,较适合于工业化大规模生产,但若要进一步提高 α -亚麻酸纯度,获得高纯度的 α -亚麻酸,生产中还需将不同纯化方法进行组合优化。

参考文献

- [1] 麻成金.杜仲籽油的提取及微胶囊化技术研究[M].长沙:湖南农业大学,2007.
- [2] 孙兰萍,张少君,马龙,等. α -亚麻酸的分离与纯化技术研究进展[J].包装与食品机械,2010,29(2):51-55.
- [3] 吴彩娥,许克勇,李元瑞,等.尿素包合法富集猕猴桃籽油中 α -亚麻酸[J].农业机械学报,2005,36(5):57-60,64.
- [4] 赵虹桥.枳椇籽油 α -亚麻酸的提取、富集及微胶囊化技术研究[M].长沙:湖南农业大学,2008.
- [5] 吕秋楠.蚕蛹中高纯度 α -亚麻酸及氨基酸提取工艺的研究[M].兰州:兰州理工大学,2009.
- [6] 杨秀芳,伍发云,杜小晖.尿素包合法富集花椒籽油中 α -亚麻酸工艺的研究[J].陕西科技大学学报,2009,27(5):65-67.
- [7] 吴明一.尿素包合法纯化不饱和脂肪酸的研究[M].天津:天津大学,2007.
- [8] 张余,阙建全,陈宗道.尿素包合法分离花椒籽油中的 α -亚麻酸的正交实验研究[J].中国食品添加剂,2004,2:28-31.
- [9] 芦雅丽,赵建邦,宋平顺.气相色谱法测定白苏子与紫苏子中亚油酸和 α -亚麻酸的含量[J].中国药师,2010,13(8):1087-1089.
- [10] 彭密军,彭胜,伍钢,等.杜仲籽油中 α -亚麻酸的甲酯化方法优化[J].中国油脂,2009,34(1):76-79.
- [11] 岳巧云,张静,刘恭源,等.气相色谱法测定干果中的 α -亚麻酸[J].食品科学,2009,30(24):359-361.
- [12] 李大婧,宋江峰,郑安俭,等.气相色谱法测定软胶囊中 α -亚麻酸的含量[J].江苏农业大学,2007,23(5):497-498.
- [13] 赵人俊,郑幼霞.月见草中 α -亚麻酸富集研究[J].中国粮油学报,1995,10(2):44-47.
- [14] 张海祥,方婷婷,潘文娟,等.响应曲面法优化尿素包合法富集蚕蛹油 α -亚麻酸的工艺[J].食品科学,2011,32(4):74-77.
- [15] 胡小泓,潘成杰,王超,等.葵花油不饱和脂肪酸的富集工艺研究[J].西部粮油科技,2001,26(2):16-17.