

分子蒸馏技术纯化甘油二酯工艺优化及产品分析

朱振雷¹, 操丽丽^{1,2}, 姜绍通^{1,2}, 潘丽军^{1,2,*}

(1. 合肥工业大学生物与食品工程学院, 安徽 合肥 230009;

2. 安徽省农产品精深加工重点实验室, 安徽 合肥 230009)

摘要: 为得到高纯度的甘油二酯产品, 利用分子蒸馏技术对酶催化合成的甘油二酯进行脱酸和纯化。在分别考察进料速率、蒸发面温度和刮板转速对分子蒸馏效果影响的基础上, 正交试验得到最佳工艺条件及结果为一分子蒸馏进料速率2 mL/min、蒸发面温度170 ℃、刮板转速300 r/min, 此时纯度达72.51%; 经二分子蒸馏后产品纯度92.31%、酸值0.97 mg KOH/g。与大豆色拉油相比, 蒸馏后甘油二酯的硬脂酸含量升高, 稳定性好, 碘值、皂化值和过氧化值降低。

关键词: 甘油二酯; 分子蒸馏; 脱酸; 纯化

Optimization of Purification of Diacylglycerol by Molecular Distillation and Characterization of Purified Product

ZHU Zhen-lei¹, CAO Li-li^{1,2}, JIANG Shao-tong^{1,2}, PAN Li-jun^{1,2,*}

(1. School of Biotechnology and Food Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China;

2. Anhui Key Laboratory of Intensive Processing of Agricultural Products, Hefei 230009, China)

Abstract: This study aimed to obtain a diacylglycerol (DAG) product with high purity. Molecular distillation was used in deacidification and purification of DAG prepared by enzymatic synthesis. The effects of dripping speed, distillation temperature and rotation speed on the molecular distillation were investigated. Based on single factor experiments, the molecular distillation conditions were optimized by orthogonal array design as follows: dripping speed, 2 mL/min; distillation temperature, 170 ℃; and rotation speed, 300 r/min. Under these optimal conditions, the purity of DAG was 72.51%. After a two-step molecular distillation under the same conditions, the purity of DAG was 92.31% with an acid value of 0.97 mg KOH/g. Compared with soybean salad oil, the purified DAG had some advantages including higher stearic acid content, higher stability, and lower iodine value, saponification value and peroxide value.

Key words: diacylglycerol; molecular distillation; deacidification; purification

中图分类号: TS225.6

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630 (2014) 20-0043-05

doi:10.7506/spkx1002-6630-201420009

甘油二酯 (diacylglycerol, DAG) 是甘油三酯中一脂肪酸被羟基取代的结构酯质。在天然油脂中含量通常不足10%^[1], 也是油脂在人体内代谢的中间产物, 属公认的安全食品成分, 且口感、色泽、风味与普通甘油三酯 (triglyceride, TAG) 无异^[2-4]。近年来发现, 甘油二酯具有的保健作用与其特殊的代谢途径有关, 不仅能够起到预防和治疗肥胖、高血脂及心脑血管疾病的作用, 还具有吸收快、供能及时、不增加肠道负担等优点^[5-6]。甘油二酯作为一种功能性添加剂, 在食品、医药、化工等行业中应用广泛。

酶催化制备的甘油二酯粗品中除甘油二酯外, 还含有其他副产物, 为了提高甘油二酯纯度需进行分离提

纯。溶剂结晶法、柱层析法分离纯化消耗试剂用量大, 污染较严重, 对原油中的微量成分破坏大; 超临界CO₂萃取对设备要求高, 成本高; 而分子蒸馏具有操作时间短、对原油营养成分破坏小、产品纯度及收率高等其他方法无与伦比的优势。分子蒸馏技术是一种特殊的液-液处理过程, 利用混合物组分中不同分子运动的平均自由程差异而进行分离, 又称短程蒸馏^[7]。具有蒸发面温度低、真空度高、物料受热时间短、分离程度高等特点, 因而分子蒸馏特别适用于分离高沸点、高黏度、高热敏感性的天然产物, 近年来得到广泛的应用。姜绍通等^[8]利用分子蒸馏对稻米油进行了脱酸研究, Fregolente等^[9]利用分子蒸馏技术提纯单甘酯粗品, Vanessa等^[10]采用分子蒸

收稿日期: 2013-12-23

基金项目: “十二五”国家科技支撑计划项目 (2011BAD02B04)

作者简介: 朱振雷 (1987—), 男, 硕士研究生, 研究方向为食品化学。E-mail: zzl_315@163.com

*通信作者: 潘丽军 (1955—), 女, 教授, 学士, 研究方向为粮食、油脂及植物蛋白工程。E-mail: panlijun1955@163.com

馏从大豆油脱臭馏出物获得天然生育酚混合物,都取得了较好的效果。此外,分子蒸馏也被广泛应用于天然精油、天然色素、VE、神经酸等精制工艺中^[11-18]。

本实验采用分子蒸馏法对甘油二酯粗品进行脱酸和分离提纯工艺研究,在分析各因素对甘油二酯的分离效果影响的基础上,利用正交试验设计获得甘油二酯最佳的分离工艺条件,为甘油二酯的分离提纯提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

金龙鱼一级大豆色拉油 合肥家乐福超市;蒸馏单硬脂酸甘油酯(食品级) 北京奥博星生物技术有限公司;固定化脂肪酶(Lipozyme RM IM) 丹麦诺维信公司;1,3-二油酸甘油酯标品 美国Sigma-Aldrich公司;丙酮、甲醇、正己烷、异辛烷均为色谱纯;叔丁醇、氢氧化钾、乙醇、氯仿、正己烷等其他试剂均为分析纯 国药集团化学试剂有限责任公司。

1.2 仪器与设备

2695高效液相色谱仪蒸发光散射检测器 美国Waters公司;SHY-2A型恒温气浴摇床 江苏金坛金城国胜实验仪器厂;HH-2数显恒温水浴锅、台式高速冷冻离心机 国华电器有限公司;AR1140/C型电子天平 奥豪斯(上海)公司;Hei-VAP value旋转蒸发器德国Heidolph公司;KDL-5分子蒸馏仪 德国UIC GmbH公司;GC-2010气相色谱仪 日本岛津制作所。

1.3 方法

1.3.1 甘油二酯的制备

准确称取50 g大豆油和22 g蒸馏单硬脂酸甘油酯置于250 mL的具塞锥形瓶中,再加入50 mL叔丁醇溶剂,预热至52℃,振荡使其溶解,然后加入2.85 g的固定化脂肪酶,放入恒温水浴振荡器中,在52℃、200 r/min条件下反应7.0 h。反应结束后,离心除去脂肪酶,取上层清液蒸发除去有机溶剂,样品低温保存以待后续实验。

1.3.2 分子蒸馏脱酸和纯化

甘油二酯粗品除了甘油二酯外,还含有转酯化反应过程中产生副产物游离脂肪酸(free fatty acids, FFA)和底物甘油一酯(monoacylglycerol, MAG)、甘油三酯。一级分子蒸馏的目的是除掉甘油二酯粗品中的游离脂肪酸和甘油一酯,蒸馏效果直接决定甘油二酯酸值和纯度高低,一级分子蒸馏条件的优化至关重要。在蒸馏压强为0.1 Pa条件下,考察进料速率、蒸发面温度、刮板转速对甘油二酯酸值和纯度的影响。在单因素试验的基础上,采用正交试验进行优化。

1.3.3 高效液相色谱检测

取少量的样品,用1 mL丙酮-甲醇溶液(50:50, V/V)

溶解,使用高效液相色谱检测其甘油二酯的含量^[19]。每组3个平行实验,取其平均值。

色谱条件:检测器为Waters 2424蒸发光散射检测器;主机泵为Waters e2695系统;色谱柱为Inertsil ODS-3(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为丙酮-甲醇溶液(50:50, V/V);进样量10 μL;流速1.0 mL/min;柱箱温度30℃;漂移管温度60℃;增益50;高纯氮气压强25 psi。

以样品峰的保留时间与1,3-二油酸甘油酯标品的保留时间定性,按峰面积归一法计算甘油二酯的含量,计算公式如下。

$$w/\% = \frac{A_{\text{DAG}}}{A_{\text{FFA}} + A_{\text{MAG}} + A_{\text{DAG}} + A_{\text{TAG}}} \times 100$$

式中:w为样品中甘油二酯的质量百分比(即纯度)%; A_{FFA} 为游离脂肪酸的峰面积; A_{MAG} 为甘油一酯的峰面积; A_{DAG} 为甘油二酯的峰面积; A_{TAG} 为甘油三酯的峰面积。

1.3.4 酸值测定

参照GB/T5530—2005《动植物油脂:酸值和酸度测定》。

1.3.5 分子蒸馏脱酸除杂单因素及正交试验

在分子蒸馏刮板转速250 r/min、蒸发面温度165℃和压强0.1 Pa条件下进行不同进料速率(1、2、3、4、5 mL/min)的分子蒸馏单因素试验;在分子蒸馏进料速率2 mL/min、刮板转速250 r/min和压强0.1 Pa条件下进行不同蒸发面温度(160、165、170、175、180℃)的分子蒸馏单因素试验;在蒸发面温度170℃、进料速率2 mL/min和压强0.1 Pa条件下进行不同刮板转速(200、250、300、350、400 r/min)的分子蒸馏单因素试验。

根据单因素试验结果,确定对分子蒸馏效果影响重要的因素和较适的水平区间,以DAG的酸值和纯度为指标,采用 $L_9(3^4)$ 进行正交试验设计。获取分子蒸馏脱除游离脂肪酸和底物甘油一酯的最佳工艺条件。选取的因素水平见表1。

表1 正交试验因素水平表
Table 1 Factors and levels used in orthogonal array design

水平	因素		
	A进料速率/(mL/min)	B蒸发面温度/℃	C刮板转速/(r/min)
1	2	165	250
2	3	170	300
3	4	175	350

1.3.6 气相色谱检测脂肪酸组成

大豆油、分子蒸馏产品参照GB/T 17376—2008《动植物油脂:脂肪酸甲酯制备》进行甲酯化制备后,取1.5 mL样品于试样瓶中进行气相色谱分析。

气相色谱分析条件:DB-WAX型毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm);检测器为火焰离子化检

测器; 进样口温度230 ℃; 检测器温度250 ℃; 升温程序为200 ℃保持1 min, 以3 ℃/min速率升至230 ℃, 保持5 min; 氦气流速为0.8 mL/min, 进样量0.8 μ L; 分流比50:1。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 进料速率对DAG酸值和纯度的影响

在进行分子蒸馏时, 进料速率的快慢将决定物料在蒸发面上的停留时间及受热程度, 进而直接影响到蒸馏效果, 因而选取合适的进料速率对DAG分离效果有着重要影响^[20]。在操作压强0.1 Pa、蒸发面温度165 ℃、刮板转速250 r/min的条件下, 考察不同进料速率对一级分子蒸馏的影响, 结果见图1。

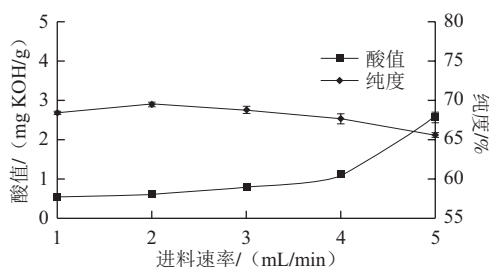


图1 进料速率对DAG酸值和纯度的影响

Fig.1 Effect of dripping speed on acid value and DAG purity

图1表明, 酸值随着进料速率增大而上升, 纯度先升高后缓慢降低, 主要原因可能是进料速率较低时, 物料在蒸发面上停留时间较长, 受热较充分, 轻组分大量馏出, DAG酸值降低和纯度提高^[21]; 当进料速率继续增加到4 mL/min时, 产物的酸值上升速率加快, 而纯度有所下降, 这是由于物料进料速率越大, 在蒸发面上停留时间较短, 分离越不充分, 导致轻组分不能完全馏出, 从而致使酸值升高和纯度同时降低^[22]。如果进料太慢, 影响生产效率, 增加时间和能耗。方差分析表明进料速率对DAG的酸值和纯度影响高度显著, 综合DAG的酸值和纯度考虑, 进料速率在2~4 mL/min范围内较合适。

2.1.2 蒸发面温度对DAG酸值和纯度的影响

分子蒸馏技术是根据不同种类液体分子受热从液面逸出后, 在气相中其运动自由程不同这一性质实现的。温度越高, 分子运动平均自由程越大, 则轻重组分分离效果越好, 但是高温会使所分离物质的品质受到一定程度的影响, 如颜色会加深。因而蒸发面温度是影响分离效果的关键因素之一^[23]。在操作压强0.1 Pa、进料速率2 mL/min、刮板转速250 r/min的条件下, 考察不同蒸发面温度对一级分子蒸馏的影响, 结果见图2。

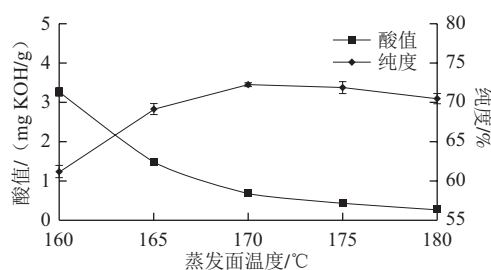


图2 蒸发面温度对DAG酸值和纯度的影响

Fig.2 Effect of distillation temperature on acid value and DAG purity

由图2可以看出, 随着蒸发面温度的升高, DAG的酸值逐渐降低, 而纯度先升高后缓慢降低。这是因为随着蒸发面温度的升高, 物料中轻组分获得的能量更多, 分子运动加剧, 快速馏出, 使DAG酸值降低, 而纯度保持在一定范围内^[24]。但是继续增加温度, 超过175 ℃时, DAG色泽变差, 可能是由于物料在高温条件下发生了裂解或氧化分解导致颜色加深, 同时部分甘油二酯逸出, 致使纯度降低。方差分析表明蒸发面温度对DAG的酸值和纯度影响高度显著, 综合考虑DAG的酸值和纯度, 在165~175 ℃温度范围内分离效果较好。

2.1.3 刮板转速对DAG酸值和纯度的影响

刮板转速的快慢直接影响物料在加热壁面形成均匀液膜。如果转速过小, 物料无法在加热壁面形成均匀的液膜, 导致蒸馏率降低。随着转速的增加, 物料在蒸发壁表面形成均匀液膜, 膜厚度变小, 传热和传质过程越完全, 蒸馏效果逐渐提高^[25]。在操作压强0.1 Pa、进料速率2 mL/min、蒸发面温度170 ℃的条件下, 考察不同刮板转速对一级分子蒸馏的影响, 结果见图3。

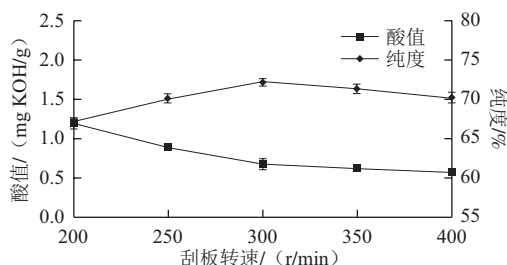


图3 刮板转速对DAG酸值和纯度的影响

Fig.3 Effect of rotation speed on acid value and DAG purity

由图3可以看出, DAG的酸值随转速加快而降低, 纯度随转速加快先升高后降低。这是由于转速过高, 会影响成膜的均匀性; 同时刮板转速过快, 少量的DAG粗品在转子的离心力作用下会被甩到冷凝壁上, 流入轻相, 使DAG含量降低。方差分析表明刮板转速对DAG的酸值和纯度影响高度显著, 综合考虑酸值和纯度, 刮板转速选择250~350 r/min。

2.2 一级分子蒸馏脱酸除杂正交试验

根据表1, 选取 $L_9(3^4)$ 正交表进行DAG脱酸除杂

参数的优化试验。以DAG的酸值和纯度为试验指标,由于纯度是一级分子蒸馏较重要的参考指标,根据实际要求,纯度权重取0.6,酸值权重取0.4,采用综合评分法分析得到其最优参数组合。正交试验方案与分析、方差分析分别见表2、3。

表2 一级分子蒸馏正交试验方案与结果
Table 2 Orthogonal experiment arrangement and results for molecular distillation

试验号	因素				试验指标		综合评分
	A进料速率	B蒸发面温度	C刮板转速	空列	酸值/(mg KOH/g)	纯度/%	
1	1	1	1	1	0.95	67.84	0.13
2	1	2	2	2	0.61	72.51	0.57
3	1	3	3	3	0.48	69.66	0.38
4	2	1	2	3	1.23	65.37	-0.13
5	2	2	3	1	0.92	69.72	0.28
6	2	3	1	2	0.67	69.16	0.29
7	3	1	3	2	2.14	64.74	-0.40
8	3	2	1	3	1.56	70.25	0.17
9	3	3	1	3	1.39	68.73	0.09
k_1	0.357	-0.133	0.200	0.167			
k_2	0.150	0.337	0.173	0.153			
k_3	-0.047	0.257	0.087	0.140			
SS_j	0.244	0.379	0.021	0.001			
因素主次顺序	BAC						
最优组合条件	$B_2A_1C_2$						

表3 方差分析

Table 3 Analysis of variance for the experiment results of orthogonal array design

方差来源	偏差平方和	自由度	平均偏差平方和	F值	显著性
A	0.248	2	0.124 0	248.00	**
B	0.381	2	0.140 5	381.00	**
C	0.021	2	0.010 5	21.00	*
空列	0.001	2	0.000 5		
总和	0.651	8	0.081 3		

注: **. 差异极显著 ($P < 0.01$); *. 差异显著 ($P < 0.05$)。

从表2结果可以看出, 2号 ($A_1B_2C_2$) 综合分最高。由表3方差分析可知, 进料速率和蒸发面温度对分子蒸馏效果的影响为高度显著, 刮板转速影响为显著, 主次顺序为 $B > A > C$ 。从计算分析得到的最佳条件为 $A_1B_2C_1$ 。将两种不同组合方案进行验证实验, 在 $A_1B_2C_1$ 方案条件下, DAG纯度70.92%、酸值0.68 mg KOH/g; 在 $A_1B_2C_2$ 方案条件下, DAG纯度72.51%、酸值0.61 mg KOH/g。因此最佳方案为 $A_1B_2C_2$, 即进料速率2 mL/min、蒸发面温度170 °C、刮板转速300 r/min。

2.3 DAG二级分子蒸馏纯化及检测

甘油二酯粗品在一级分子蒸馏最优条件下能够较好地除去游离脂肪酸和甘油一酯, 但油品的颜色较深, 同时纯度还可以进一步提高。由此经二次蒸馏后除去甘油三酯, 即可得到纯度较高的甘油二酯。将一级分子蒸馏重相产品在操作压强0.1 Pa、进料速率2 mL/min、蒸发面

温度210 °C、刮板转速300 r/min条件下, 进行二级蒸馏后的轻相即为高纯度的甘油二酯。提纯后的产品经高效液相色谱检测, 结果见图4。

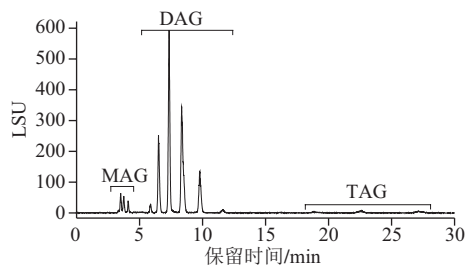


图4 二级分子蒸馏后产品的高效液相色谱图

Fig.4 Liquid chromatogram of DAG purified by two-step molecular distillation

从图4可知, 提纯后的产品主要为甘油二酯, 纯度达到92.31%。与分子蒸馏前粗品对比各成分组成见表4。

表4 分子蒸馏前后产品组成对比

Table 4 Comparison of DAG before and after molecular distillation

组别	甘油二酯	脂肪酸	甘油一酯	甘油三酯
分子蒸馏前	45.36	7.41	24.39	23.84
分子蒸馏后	92.31	0.48	4.53	2.68

从表4可以看出, 分子蒸馏前甘油一酯、甘油三酯含量较高, 而蒸馏后甘油一酯和甘油三酯含量明显下降, 甘油二酯含量上升, 质量分数达到92.31%, 检测其酸值为0.97 mg KOH/g。

2.4 产品理化性质

对提纯后的甘油二酯理化性质进行检测, 结果见表5。

表5 甘油二酯产品的理化性质

Table 5 Physicochemical properties of purified DAG

检测项目	DAG产品	原料大豆油
气味	无味	无味
酸值/(mg KOH/g)	0.97	0.13
碘值/(g I ₂ /100 g)	92.84	121
过氧化值/(mmol/kg)	3.51	4.3
皂化值/(mg KOH/g)	183.7	219
色泽(罗维朋比色槽33.4 mm≤)	R 1.8, Y 20	R 1.6, Y 20

从表5可以看出, 经过分子蒸馏的甘油二酯在过氧化值、碘值、皂化值较低, 这是因为产品成分主要为甘油二酯, 分子蒸馏出除去了氢过氧化物分解产生的醛、酮和羧酸等小分子, 降低了过氧化值, 而且产品中饱和脂肪酸比例提高导致碘值和皂化值降低。

2.5 原料及产品脂肪酸组成

原料大豆油和DAG产品甲酯化后经气相色谱检测, 结果见表6。

表6 产品主要脂肪酸组成及含量
Table 6 Fatty acid composition of purified DAG and soybean oil

脂肪酸	原料大豆油	DAG产品	%
棕榈酸	10.76	23.54	
硬脂酸	3.89	12.77	
油酸	25.36	19.75	
亚油酸	52.41	39.56	
亚麻酸	5.53	3.66	
其他	2.05	0.72	

从表6可以看出, DAG产品的硬脂酸所占比例提高, 不饱和脂肪酸降低, 提高了油脂的稳定性。

3 结 论

利用分子蒸馏技术对合成的甘油二酯进行分子蒸馏脱酸和纯化工艺优化, 正交试验结果表明, 进料速率和蒸发面温度对分子蒸馏效果的影响为高度显著, 刮板转速影响为显著; 甘油二酯分子蒸馏脱酸和除杂的最佳工艺条件为进料速率2 mL/min、蒸发面温度170 ℃、刮板转速300 r/min; 经二级分子蒸馏后获得的DAG产品酸值0.97 mg KOH/g、纯度92.31%, 理化指标符合国家三级油标准; 甘油二酯甲酯化后的气相色谱检测表明, 硬脂酸所占比例提高, 产品稳定性好。实验结果可为分子蒸馏技术应用于油脂精炼提供参考依据。

参考文献:

- [1] CARRASCO S, MERIDA I. Diacylglycerol, when simplicity becomes complex[J]. Trends in Biochemical Sciences, 2007, 32(1): 27-36.
- [2] 朱顺达, 高红林. 酶法合成甘油二酯的研究进展[J]. 粮食与食品工业, 2006, 13(6): 12-14.
- [3] SONI M G, KIMURA H, BURDOCK G A. Chronic study of diacylglycerol oil in rats[J]. Food and Chemical Toxicology, 2001, 39(4): 317-329.
- [4] WHO J, CONSULTATION F A O E. Diet, nutrition and the prevention of chronic diseases[M]. Geneva: WHO Technical Report Series, 2003: 916.
- [5] 毕艳兰. 油脂化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 52-58.
- [6] TAGUCHI H, OMACHI T, NAGO T, et al. Dietary diacylglycerol suppresses high fat diet-induced hepatic fat accumulation and microsomal triacylglycerol transfer protein activity in rats[J]. The Journal of Nutritional Biochemistry, 2002, 13(11): 678-683.
- [7] 陈文伟, 陈刚, 高荫榆. 分子蒸馏的应用研究进展[J]. 西部粮油科技, 2003, 28(5): 35-37.
- [8] 姜绍通, 牛春祥, 庞敏, 等. 稻米油分子蒸馏脱酸工艺优化[J]. 食品科学, 2012, 33(18): 1-5.
- [9] FREBOLENTE L V, FREGOLENTE P B L, CHICUTA A M, et al. Effect of operating conditions on the concentration of monoglycerides using molecular distillation[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2007, 85(11): 1524-1528.
- [10] VANESSA M I, PATRICIA F M, CESAR B, et al. Natural compounds obtained through centrifugal molecular distillation[C]//Twenty-Seventh Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals. US: Humana Press, 2006: 716-726.
- [11] 张秋霞, 江英. 分子蒸馏技术精制薰衣草精油的工艺研究[J]. 食品工程, 2009(4): 25-26.
- [12] BATISTELLA C B, MORAES E B, MACIEL F R, et al. Molecular distillation process for recovering biodiesel and carotenoids from palm oil[J]. Applied Biochemistry and Biotechnology, 2002, 98/100: 1149-1159.
- [13] 宋志华, 王兴国, 金青哲, 等. 分子蒸馏从大豆油脱臭馏出物中提取维生素E的研究[J]. 粮油加工, 2009(1): 79-81.
- [14] 呼晓姝, 王建中. 响应面法优化分子蒸馏提纯神经酸工艺的研究[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(6): 123-127.
- [15] 张忠义, 雷正杰, 王鹏, 等. 超临界CO₂萃取-分子蒸馏对大蒜化学成分提取与分离[J]. 分析测试学报, 2002, 21(1): 65-67.
- [16] WANG Shurong, GU Yueling, LIU Qian, et al. Separation of bio-oil by molecular distillation[J]. Fuel Processing Technology, 2009, 90(5): 738-745.
- [17] 汪发松, 胡海燕. 姜油的分子蒸馏纯化与化学成分分析[J]. 中国医药工业杂志, 2003, 34(3): 125-127.
- [18] 邵平, 姜绍通, 潘丽军, 等. 分子蒸馏模拟分离菜籽油脱臭馏出物维生素E[J]. 农业机械学报, 2007, 38(7): 78-81.
- [19] 刘涛, 尹春华, 谭天伟. 高效液相色谱蒸发光散射检测器测定脂肪酸和甘油酯的含量[J]. 中国油脂, 2005, 30(9): 52-54.
- [20] 张新新, 李进伟, 刘元法, 等. 分子蒸馏精制灵芝孢子油的工艺研究[J]. 中国油脂, 2013, 38(7): 12-15.
- [21] 惠菊, 单良, 金青哲, 等. 分子蒸馏提纯共轭亚油酸甘油酯的工艺研究[J]. 粮油加工, 2009(8): 60-63.
- [22] 刘晓艳, 白卫东, 蔡培钿, 等. 分子蒸馏精制肉桂油的研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(10): 4640-4642.
- [23] 韩荣伟, 于忠娜. 分子蒸馏技术精制超临界流体萃取的玫瑰粗油[J]. 青岛科技大学学报, 2010, 31(1): 32-36.
- [24] 郭剑霞, 王昌禄, 吴志建, 等. 分子蒸馏富集华山松籽油中亚油酸的研究[J]. 中国油脂, 2011, 36(4): 40-43.
- [25] 丁辉, 徐世民, 孙龙江, 等. 分子蒸馏浓缩天然VE的研究[J]. 粮油加工, 2007(10): 98-100.