

南极磷虾油亚临界萃取工艺优化及挥发性成分分析

Optimization of sub-critical extraction of krill oil and the volatile components

孙德伟¹ 谢 强¹ 李进伟^{2,3,4} 刘元法^{2,3,4}

SUN De-wei¹ XIE Qiang¹ LI Jin-wei^{2,3,4} LIU Yuan-fa^{2,3,4}

(1. 无锡商业职业技术学院, 江苏 无锡 214153; 2. 江南大学食品科学与技术国家重点实验室, 江苏 无锡 214122; 3. 江南大学食品安全与营养协同创新中心, 江苏 无锡 214122; 4. 江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122)

(1. Wuxi Vocational Institute of Commerce, Wuxi, Jiangsu 214153, China; 2. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China; 3. Synergetic Innovation Center of Food Safety and Nutrition, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China;

4. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China)

摘要:目的:开发南极磷虾油的新制备方法。方法:以南极磷虾粉为原料,采用亚临界丁烷分离制备南极磷虾油,并优化其制备工艺;采用气相色谱质谱联用对新工艺制备的南极磷虾油挥发性成分进行检测。结果:南极磷虾油的最佳亚临界制备工艺条件为提取温度40℃,提取压力1.0 MPa,提取时间120 min,该条件下脂质提取率为(81.2±0.4)%,该南极磷虾油挥发性物质中几乎不含不饱和环烃类和萜类,主要含有2-癸烯醛、11-烯醛、癸酸等27种挥发性成分。结论:南极磷虾油中挥发性成分可作为南极磷虾油真伪鉴定的一个特征性指标。

关键词:南极磷虾油; 亚临界萃取; 挥发性成分

Abstract: Objective: Antarctic krill lipids are rich in omega-3 polyunsaturated fatty acids (ω -3 PUFA, mainly, EPA and DHA, phospholipids (PL), as well as natural antioxidants, such as astaxanthin, and they have important physiological functions. It is of practical value to develop a new preparation method of Antarctic krill oil and further study its volatile components. Methods: The optimum conditions of the subcritical butane extraction were determined based on the response surface methodology (RSM). Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was used to determine the volatile components of krill oil prepared by a new process. Results: Referring to the actual operation procedure, the optimum conditions were fixed as follows: temperature of 40 °C,

基金项目:无锡商业职业技术学院博士科研启动经费项目(编号:BSQDJF2019001);无锡商业职业技术学院省部级培育类(一般)项目(编号:KJXJ19602)

作者简介:孙德伟(1980—),男,无锡商业职业技术学院讲师,博士。E-mail:sundewei1912@163.com

收稿日期:2021-06-07

pressure 1.0 MPa, dynamic extraction time 120 min, and the lipid extraction yield was (81.2±0.4)%; The volatile components of the krill oil were analyzed, with few unsaturated cyclic hydrocarbons or steroids found, and the main 27 active components were found, including 2-decenal, 11-enal, and decanoic acid, etc.

Conclusion: The volatile components features in antarctic krill oil are not as stable as the fatty acids features, and they can also be used as a characteristic index to identify the authenticity of Antarctic krill oil.

Keywords: Antarctic krill oil; sub-critical separation; volatile components

南极磷虾油主要成分有 ω -3多不饱和脂肪酸、磷脂、虾青素、维生素E等生物活性物质^[1],其中磷脂型 ω -3多不饱和脂肪酸占总脂肪酸的34%^[2-3],被誉为海洋卵磷脂^[4]。当前,制备南极磷虾油主要采用溶剂提取和无溶剂提取两类^[5-6]。采用溶剂制备南极磷虾油,通常选用丙酮、乙醇或正己烷等单一溶剂,但存在耗时长、效率低、溶剂残留及原料中部分生物活性成分易失活等弊端;也有先丙酮后乙醇两步溶剂法制备南极磷虾油的报道^[7-8],但两步法也存在耗时长、产物脱溶分离成本高等问题;采用超临界CO₂夹带20%乙醇制备南极磷虾油,但需先对南极磷虾进行脱水干燥,干燥过程中的高温会破坏南极磷虾中的热敏成分^[4,8];采用超临界流体提取技术制备南极磷虾油,但超临界制备设备构造复杂、维护使用成本较高^[9-10]。无溶剂提取酶法也被用于南极磷虾油的制备^[11-12],但专用酶的价格昂贵限制了其在脂质制备中的规模化应用,且提取水环境中磷脂乳化也会降低其提

取率。基于此,当前亟需一种经济、污染小且能够最大限度保存南极磷虾油生物活性物质的制备方法。

亚临界流体提取技术具有工作压力低、工作温度相对较低、综合效率较高、总体投资和运行成本相对较低等优势,在一些特种植物油^[13-14]和特种动物脂的分离制备中被小规模化应用^[15-16]。部分学者^[17-18]研究了亚临界萃取南极磷虾油技术,Xie 等^[19]系统研究了多种溶剂分离制备南极磷虾油,涉及到亚临界丁烷制备南极磷虾油,但该研究采用了亚临界丁烷分离小麦胚芽油的条件^[20]。文章拟选择亚临界流体提取技术提取南极磷虾油,并对其提取工艺进行优化,旨在为南极磷虾油绿色工业化生产提供借鉴。

1 材料与方法

1.1 试验原料及设备

南极磷虾粉:含水(9.0±0.5)%,-40℃保存备用,辽渔集团有限公司;

试验试剂:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

亚临界提取装置:BE-5L型,河南亚临界生物技术有限公司;

高效液相色谱:1260型,配备蒸发光散射检测器,美国安捷伦科技公司;

气相色谱:7820A型,美国安捷伦科技公司;

旋转蒸发仪:R205D型,无锡申科仪器厂;

离心机:5810型,德国艾门德公司;

pH计:FE28型,瑞士梅特勒—托利多公司;

分析天平:ME104E型,瑞士梅特勒—托利多公司;

磁力搅拌器:VORTEX 1型,德国 IKA 公司;

震荡摇床:CHA-S型,金坛荣华仪器公司。

1.2 试验方法

1.2.1 南极磷虾油分离 将500g南极磷虾粉用布袋封口放入提取罐,抽真空。按料液比($m_{\text{南极磷虾粉}} : V_{\text{丁烷}}$)1:5(g/mL)将亚临界溶剂丁烷泵入提取罐,外套热水循环控制提取温度,设定条件提取完成后将提取混合液导入分离罐减压蒸发分离产物。多次提取后合并提取物,离心过滤称重,并按式(1)计算南极磷虾油提取率。

$$N = \frac{m_1}{m_0} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

m_1 ——单位质量原料按试验方法制备的油的质量,g;

m_0 ——单位质量原料按 Folch 方法^[21]制备脂质的质量,g;

N ——南极磷虾油提取率,%。

1.2.2 响应面优化南极磷虾油提取工艺 在前期试验的基础上,以提取时间、提取温度和提取压力为考察因素,采用 Box-Behnken 设计,以南极磷虾提取率为响应值优

化南极磷虾油的亚临界制备工艺条件。

1.2.3 南极磷虾油挥发性成分分析 采用顶空固相微萃取和气相色谱—质谱(HS-SPME-GC-MS)检测南极磷虾油挥发性成分。取南极磷虾油 10.0 g 封闭于 25 mL 顶空瓶中,以封口膜密封。

(1) HS-SPME 过程:对固相萃取柱(DVB/CAR/PDMS, 50/30 μm)进行预处理,将萃取装置上萃取柱插入 GC 进样口,270 ℃ 老化 30 min,载气为氦气,流量 1.0 mL/min;将萃取柱插入装有待测样品的顶空瓶上层,70 ℃ 震荡吸附 30 min,随即刻将萃取柱插入 GC 进样口,250 ℃ 解吸 5 min 后进行 GC/MS 分析。

(2) GC/MS 分析:GC 条件为 HP-5MS 毛细管柱(长 30 m, 内径 0.25 mm),载气为 99.99% 氮气,流速 1.0 mL/min;程序升温为 45 ℃ 保持 2 min,以 3 ℃/min 升至 130 ℃,10 ℃/min 升至 240 ℃ 保持 8 min;MS 条件为电子轰击离子源,离子源温度 250 ℃,电子能量 70 eV,碎片扫描范围 32~560(m/z)。未知化合物经计算机谱图库 NIST、WILEY 检索定性分析,根据相对峰面积定量。

1.2.4 统计学分析 采用同批次原料重复 3 次,使用 SPSS 18.0 软件分析方差(ANOVA),结果以平均值±标准差表示, $P<0.05$ 时具有统计学差异。

2 结果与讨论

2.1 亚临界分离南极磷虾油工艺优化

2.1.1 响应面试验设计及结果 选取提取时间、提取温度和提取压力为主要因素,以提取率为响应值,根据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理进行响应面法设计,试验因素与水平见表 1,试验设计与结果见表 2。

2.1.2 模型的建立及方程分析 利用 Design-Expert 7.0 软件对表 2 中的响应值与各因素进行多元回归分析,得到二次多项式回归方程为:

$$Y=80.75+3.96X_1+1.72X_2+0.36X_3-0.93X_1X_2-0.81X_1X_3+0.54X_2X_3-2.66X_1^2-2.12X_2^2-0.52X_3^2. \quad (2)$$

由表 3 可知,回归模型 $P<0.0001$,表明回归模型极显著;失拟项 $P=0.0666>0.05$,表明模型纯误差不显著,可以用来分析和预测南极磷虾油的提取工艺;决定系数 $R^2=0.9626$,表明该回归方程拟合度较好。变异系数 CV 为 0.91%,说明具有较好的试验稳定性,试验结果可靠^[22]。一次项 X_1 、 X_2 和二次项 X_1^2 、 X_2^2 对南极磷虾油提

表 1 试验因素水平及编码

Table 1 Experimental factor level and coding

水平	X_1 提取时间/min	X_2 提取温度/℃	X_3 提取压力/MPa
-1	80	30	0.8
0	120	40	1.0
1	160	50	1.2

表 2 响应面试验设计及结果

Table 2 Scheme and result of response surface design

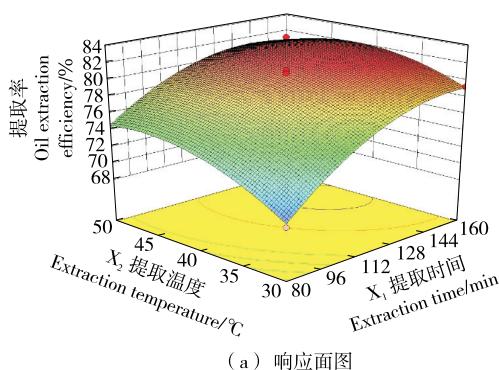
试验号	X ₁	X ₂	X ₃	Y 南极磷虾油提取率/%
1	-1	0	1	75.54
2	1	0	1	81.33
3	0	-1	1	75.86
4	-1	1	0	74.56
5	-1	-1	0	68.94
6	0	0	0	80.08
7	-1	0	-1	72.18
8	0	0	0	81.22
9	0	1	1	80.04
10	1	-1	0	79.24
11	0	0	0	80.84
12	0	0	0	80.84
13	0	1	-1	79.28
14	0	-1	-1	77.25
15	1	1	0	81.13
16	1	0	-1	81.22
17	0	0	0	80.78

取率影响极显著($P<0.01$)，交互项 $X_1 X_2$ 对其影响显著($P<0.05$)。提取时间对亚临界丁烷制备南极磷虾油的提取率影响最大，提取温度次之，提取压力影响最小。

2.1.3 响应面分析 由图 1 可知，随着提取时间的延长，提取率呈升高趋势，前段升高快，后期升高平缓。随着提取温度的上升，提取率呈先增高后稍有下降趋势，当提取温度为 40~50 °C 时，提取率达到最高。

由图 2 可知，随着提取时间的延长，提取率总体呈升高趋势，前段升高快，后期升高平缓。随着提取压力的上升，提取率呈缓慢上升趋势。

由图 3 可知，随着提取温度的上升，提取率呈先升高后降低趋势。而随着提取压力的上升，提取率呈缓慢上升趋势。



(a) 响应面图

图 1 提取时间和提取温度对提取率的交互作用

Figure 1 Response surface plots and contour plots showing the effects of extraction time and temperature

表 3 回归模型方差分析[†]

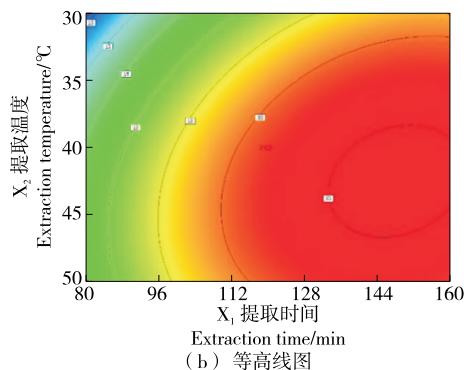
Table 3 ANOVA of extraction factors on the lipid recovery

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	211.51	9	23.50	46.74	<0.000 1**
X ₁	125.61	1	125.61	294.82	<0.000 1**
X ₂	23.53	1	23.53	46.80	0.000 2**
X ₃	1.01	1	1.01	2.01	0.199 7
X ₁ X ₂	3.48	1	3.48	5.25	0.033 9*
X ₁ X ₃	2.64	1	2.64	1.80	0.055 7
X ₂ X ₃	1.16	1	1.16	2.30	0.173 3
X ₁ ²	29.84	1	29.84	59.35	0.000 1**
X ₂ ²	18.96	1	18.96	37.72	0.000 5**
X ₃ ²	1.15	1	1.15	2.28	0.174 5
残差	3.52	7	0.50		
失拟项	2.83	3	0.94	5.50	0.066 6
净误差	0.69	4	0.17		
总离差	215.03	16			

[†] 变异系数 $CV=0.91\%$, $R^2=0.9626$; * 表示差异极显著($P<0.01$), * 表示差异显著($P<0.05$)。

2.1.4 回归模型验证 根据回归模型计算得到亚临界丁烷制备南极磷虾油最佳工艺条件为提取时间 132.74 min, 提取温度 42.07 °C, 提取压力 1.08 MPa, 南极磷虾油最高提取率可达 81.95%。结合实际操作, 将工艺条件修正为提取时间 120 min, 提取温度 40 °C, 提取压力 1.0 MPa, 为验证结果的可靠性, 进行 3 次重复试验, 测得南极磷虾油提取率为(81.2±0.4)% ,与预测值接近, 说明二次回归方程模型合理, 试验结果较理想。

响应面优化试验条件与邢要非等^[23] 亚临界丁烷制备棉籽油、刘日斌等^[24] 亚临界丁烷制备芝麻油、马燕等^[25] 亚临界丁烷制备杏仁油的提取条件较为相近, 且其亚临界提取温度略有降低, 这有利于动物性原料中热敏性成分的保护。此外, 亚临界丁烷最佳提取时间的差异可能



(b) 等高线图

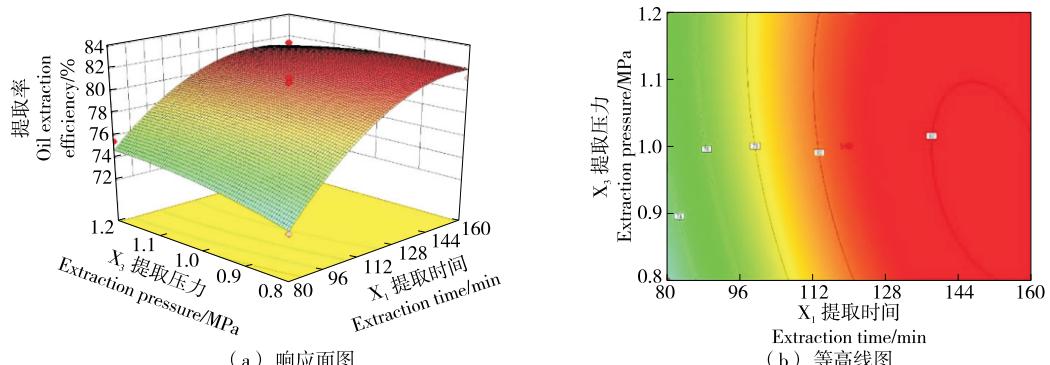


图 2 提取时间和提取压力对提取率的交互作用

Figure 2 Response surface plots and contour plots showing the effects of extraction pressure and time

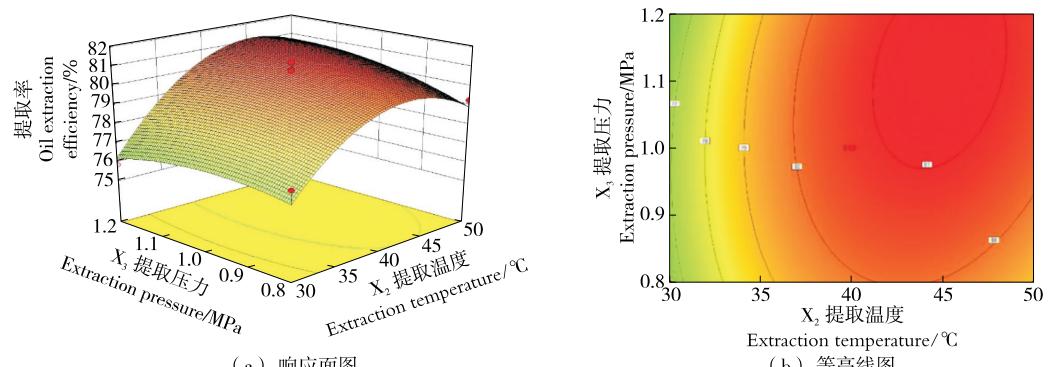


图 3 提取温度和提取压力对提取率的交互作用

Figure 3 Response surface plots and contour plots showing the effects of extraction temperature and pressure

与原料性质有关,如芝麻油和杏仁油为植物来源原料。

2.2 南极磷虾油挥发性成分

为进一步研究亚临界丁烷准备南极磷虾油的性质,采用顶空固相微萃取和气相色谱—质谱/质谱(HS-SPME-GC-MS/MS)检测亚临界丁烷制备的南极磷虾油挥发性成分,其总离子流图如图4所示。

经NIST、Wiley2008谱库串联检索,共检出醛类、酸类、烃类等化合物,其保留时间、化合物名称及相对峰面积见表4。

由表4可知,南极磷虾油主要挥发性成分有27种,

其中2-癸烯醛、11-烯醛、癸酸为主要成分。丁浩宸等^[26-27]发现,醚类、醛类是整虾的关键挥发性成分,其中头胸部的挥发性成分主要是(E,Z)-2,6-壬二烯醛、3-甲硫基丙醛、3-甲基丁醛、壬醛、苯乙醛、D-柠檬烯、(Z)-4-庚烯醛、二甲基硫醚、辛醛、苯甲醛,腹部挥发性物质主要是二甲基三硫醚、癸醛、壬醛、3-甲基丁醛、辛醛、D-柠檬烯、二甲基硫醚、(Z)-4-庚烯醛。Giogios等^[28]发现虾粉和虾油挥发性物质不同,包括虾油在内的海洋油脂挥发性物质有较高含量的乙基呋喃、2-亚甲基丁基环丙烷、己醛、2,4-辛二烷、3,5-辛二烷;而虾粉中挥发性物质几乎检测不

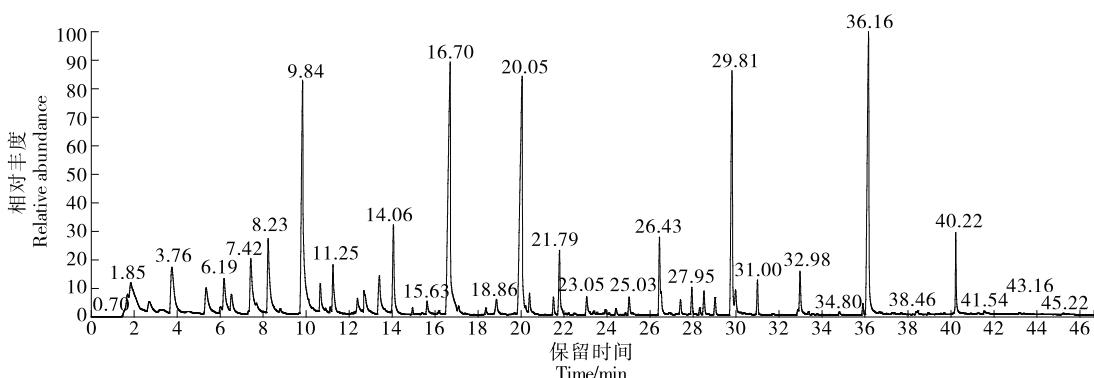


图 4 南极磷虾油挥发物 GC-MS 总离子流图

Figure 4 GC-MS total ion flow diagram of volatile matter from Antarctic krill lipid

表 4 挥发性组分组成及相对含量

Table 4 Composition and relative content of volatile components

化合物名称	保留时间/min	相对峰面积/%
辛烷	1.85	2.92
乙醛	3.75	3.12
呋喃	6.18	1.70
辛醛	7.43	2.83
3-甲基壬烯	8.23	3.77
壬醛	9.84	11.00
正庚醇	11.25	2.12
辛醇	14.06	3.67
(E)2-癸烯醛	15.63	0.57
(Z)2-癸烯醛	16.70	14.46
17-烷烯	18.86	0.82
11-烯醛	20.04	14.68
2,4-癸二烯醛	21.79	2.60
己酸	23.05	0.88
呋喃酮	25.03	0.74
庚酸	26.44	3.27
反式 4,5-环氧-2-癸烯醛	27.94	0.99
辛酸	29.81	10.67
7-甲基苯并四氢嘧啶-2,4-二酮	31.00	1.17
壬酸	32.98	1.63
环己甲醇	34.80	0.16
癸酸	36.16	13.71
2-甲基 2,3-环氧 4-辛酮	38.46	0.12
月桂酸	40.22	2.03
3,4-二甲基己醇	41.54	0.18
3,6-二甲基庚烷	43.17	0.10
戊酸	45.22	0.07

到不饱和环烃和萜类, 呋喃含量较低。而南极磷虾油挥发性物质中也几乎不含不饱和环烃类和萜类, 其呋喃含量也较低, 总体组成与文献[26—28]基本一致, 但具体含量有一定差别, 可能是由于原料差异所致。综上, 南极磷虾油中挥发性成分组成不如其脂肪酸具有稳定的组成和含量, 但也能作为南极磷虾油真伪鉴定的一个特征性指标。

3 结论

以南极磷虾粉为原料, 采用亚临界丁烷分离制备南极磷虾油。结果表明, 南极磷虾油的最佳亚临界制备工艺为提取温度 40 ℃, 提取压力 1.0 MPa, 提取时间 120 min, 此时南极磷虾油提取率为(81.2±0.4)%。顶空固相微萃取和气相色谱—质谱/质谱分析表明, 该南极磷虾油挥发性成分主要为 2-癸烯醛、11-烯醛、癸酸等 27 种, 通过对比发现南极磷虾油中挥发性成分组成可以作为南

极磷虾油真伪鉴定的一个特征性指标。后续可研究南极磷虾油的特殊性质。

参考文献

- [1] GIGLIOTTI J C, DAVENPORT M P, BEAMER S K, et al. Extraction and characterisation of lipids from Antarctic krill (*Euphausia superba*) [J]. Food Chemistry, 2011, 125(3): 1 028-1 036.
- [2] GRANDOIS J L, MARCHIONI E, ZHAO M J, et al. Investigation of natural phosphatidylcholine sources: Separation and identification by liquid chromatography-electrospray ionization-tandem mass spectrometry (LC-ESI-MS²) of molecular species [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2009, 57(14): 6 014-6 020.
- [3] WINTHER B, HOEM N, BERGE K, et al. Elucidation of phosphatidylcholine composition in krill oil extracted from *Euphausia superba* [J]. Lipids, 2011, 46(1): 25-36.
- [4] MONOGRAPH K O. Krill oil monograph [J]. Premenstrual Syndrome, 2010, 15(1): 84-86.
- [5] 徐洋, 姜启兴, 刘富俊, 等. 南极磷虾壳中虾油提取工艺优化[J]. 食品与机械, 2016, 32(5): 199-203.
- [6] XU Yang, JIANG Qi-xing, LIU Fu-jun, et al. Optimization of oil extraction from antarctic krill shell[J]. Food & Machinery, 2016, 35(5): 199-203.
- [7] ZHAO Jiao, WEI Shan-shan, LIU Fei, et al. Separation and characterization of acetone-soluble phosphatidylcholine from Antarctic krill (*Euphausia superba*) oil [J]. European Food Research and Technology, 2014, 238(6): 1 023-1 028.
- [8] BEAUDOIN A, MARTIN G. Method of extracting lipids from marine and aquatic animal tissues: US20046800299[P]. 2000-04-16.
- [9] SAMPALIS T. Krill and/or marine extracts for prevention and/or treatment of cardiovascular diseases arthritis, skin cancer diabetes, premenstrual syndrome and transdermal transport: CN1516592A[P]. 2004-08-24.
- [10] ALI-NEHARI A, KIM S B, LEE Y B, et al. Characterization of oil including astaxanthin extracted from krill (*Euphausia superba*) using supercritical carbon dioxide and organic solvent as comparative method[J]. Korean Journal of Chemical Engineering, 2012, 29(3): 329-336.
- [11] DOS SANTOS FREITAS L, DE OLIVEIRA J V, DARIVA C, et al. Extraction of grape seed oil using compressed carbon dioxide and propane: extraction yields and characterization of free glycerol compounds[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2008, 56(8): 2 558-2 564.
- [12] 徐晓斌, 李俊玲, 杨阳, 等. 南极磷虾油酶解法提取工艺研究[J]. 中国油脂, 2015, 40(5): 5-8.
- [13] XU Xiao-bin, LI Jun-ling, YANG Yang, et al. Enzymatic extraction of Antarctic krill oil[J]. China Oils and Fats, 2015, 40(5): 5-8.
- [14] 周长平. 南极磷虾油脂提取、精炼及多不饱和脂肪酸的富集研究[D]. 无锡: 江南大学, 2013: 1-63.
- [15] ZHOU Chang-ping. Study on extraction, refine and enrichment of PUPA of oil from *Euphausia superba* [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2013: 1-63.

- sity, 2013: 1-63.
- [13] ZANQUI A B, DE MORAIS D R, DA S C, et al. Subcritical extraction of flaxseed oil with n-propane: Composition and purity[J]. Food Chemistry, 2015, 188: 452-458.
- [14] ZHANG Min, WAN Chu-yun, HUANG Feng-hong. Subcritical extraction of oil from dehulled cold-pressed rapeseed cake[J]. China Oils and Fats, 2015, 40(5): 14-17.
- [15] LIU Kun, WANG Lan, XUE Chang-hu, et al. Subcritical R134a extraction of Euphausia pacifica oil and analysis of fatty acid composition[J]. Food Science, 2013, 34(14): 96-99.
- [16] LIU Ping-huai, SHI Jie, SHEN Shi-jun. Subcritical fluid extraction of astaxanthin from Shrimp and crab shell waste [J]. Fine Chemicals, 2011, 28(5): 497-500.
- [17] 张潇予. 南极磷虾磷脂酰胆碱的提纯[D]. 济南: 山东师范大学, 2012: 1-66.
ZHANG Xiao-yu. The extraction and purification of phosphatidyl-choline in Antarctic krill (Euphausia superba) [D]. Jinan: Shandong Normal University, 2012: 1-66.
- [18] 魏山山. 南极磷虾油中磷脂酰胆碱的提取、分离与分析[D]. 济南: 山东师范大学, 2014: 1-77.
WEI Shan-shan. The extraction, separation and analysis of phosphatidylcholine in Antarctic krill (Euphausia superba) oil [D]. Jinan: Shandong Normal University, 2014: 1-77.
- [19] XIE Dan, JIN Jun, SUN Jiang, et al. Comparison of solvents for extraction of krill oil from krill meal: Lipid yield, phospholipids content, fatty acids composition and minor components[J]. Food Chemistry, 2017, 233: 434-441.
- [20] XU Bin, HAN Ji-hua, ZHOU Shi-long, et al. Quality characteristics of wheat germ oil obtained by innovative subcritical butane experimental equipment[J]. Journal of Food Process Engineering, 2016, 39(1): 79-87.
- [21] FOLCH J, LEES M, SLOANE-STANLEY G H. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues[J]. Journal of Biology Chemistry, 1957, 226(1): 497-509.
- [22] MURALIDHAR R V, CHIRUMAMILA R R. A response surface approach for the comparison of lipase production by Canida cylindracea using two different carbon sources[J]. Biochemical Engineering Journal, 2001, 9(1): 17-23.
- [23] 邢要非, 王延琴, 方丹, 等. 亚临界丁烷萃取棉籽油工艺及产品品质研究[J]. 中国油脂, 2014, 39(9): 5-9.
XING Yao-fei, WANG Yan-qin, FANG Dan, et al. Subcritical butane extraction and quality analysis of cottonseed oil[J]. China Oils and Fats, 2014, 39(9): 5-9.
- [24] 刘日斌, 汪学德, 鞠阳, 等. 亚临界丁烷萃取芝麻油工艺及其品质分析研究[J]. 中国油脂, 2014, 39(5): 1-4.
LIU Ri-bin, WANG Xue-de, JU Yang, et al. Subcritical butane extraction of sesame oil and its quality[J]. China Oils and Fats, 2014, 39(5): 1-4.
- [25] 马燕, 张健, 张谦, 等. 响应面法优化亚临界丁烷萃取杏仁油工艺研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(3): 238-241.
MA Yan, ZHANG Jian, ZHANG Qian, et al. Research of processing optimization of almond oil by subcritical butane using response surface method[J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(3): 238-241.
- [26] 丁浩宸, 李栋芳, 张燕平, 等. 南极磷虾虾仁与4种海虾虾仁挥发性风味成分对比[J]. 食品与发酵工业, 2013, 39(10): 57-62.
DING Hao-chen, LI Dong-fang, ZHANG Yan-ping, et al. Comparison of volatile flavor compounds among peeled Antarctic krill and four species of peeled marine shrimps[J]. Food and Fermentation Industries, 2013, 39(10): 57-62.
- [27] 许刚, 丁浩宸, 张燕平, 等. 南极磷虾头胸部和腹部挥发性风味成分对比[J]. 食品科学, 2014, 35(22): 146-149.
XU Gang, DING Hao-chen, ZHANG Yan-ping, et al. Comparison of volatile flavor compounds in cephalothorax and abdomen of Antarctic krill[J]. Food Science, 2014, 35(22): 146-149.
- [28] GIOGIOS I, GRIGORAKIS K, NENGAS I, et al. Fatty acid composition and volatile compounds of selected marine oils and meals[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2009, 89(1): 88-100.

(上接第 11 页)

- [26] 宋刚, 曹春振, 杨志馨, 等. 群体感应调控下的乳酸菌细菌素合成[J]. 食品与生物技术学报, 2020, 39(11): 12-17.
SONG Gang, CAO Chun-zhen, YANG Zhi-xin, et al. Bacteriocin synthesis of lactic acid bacteria under quorum sensing[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2020, 39(11): 12-17.
- [27] 陈扬. 大蒜提取物竞争性阻断 QS 信号系统并降低铜绿假单胞菌毒力因子表达[D]. 武汉: 华中科技大学, 2009: 14.
CHEN Yang. The garlic extracts block the quorum sensing-controlled virulence factor production in Pseudomonas aeruginosa [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2009: 14.
- [28] 柴文成. 铜绿假单胞菌及其胞外产物绿脓菌素诱导人单核细胞免疫反应及在肺部感染中的作用机制[D]. 沈阳: 中国医科大学, 2008: 42-52.
CAI Wen-shu. Study on Pseudomonas aeruginosa and pyocyanin induced immunity reaction of human monocytic U937 cells and lung infection in rats[D]. Shenyang: China Medical University, 2008: 42-52.
- [29] 唐云鹏. 绿脓菌素对食源细菌生长和成膜影响的初步研究[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2017: 27-28.
TANG Yun-peng. Effects of pyocyanin on the growth and biofilm formation of foodborne bacteria: A preliminary study [D]. Changsha: Central South University of Forestry and Technology, 2017: 27-28.
- [30] GROSSOVA M, RYSAVKA P, MAROVA I. Probiotic biofilm on carrier surface: A novel promising application for food industry[J]. Acta Alimentaria, 2017, 46(4): 439-448.
- [31] KLAYRAUNG S, OKONOGI S. Antibacterial and antioxidant activities of acid and bile resistant strains of Lactobacillus fermentum isolated from miang[J]. Braz J Microbiol, 2009, 40(4): 757-766.