

超临界 CO₂ 萃取燕麦油工艺研究

卢丹, 张文婷, 赵武奇, 胡新中, 李小平

(陕西师范大学 食品工程与营养科学学院, 西安 710119)

摘要:以燕麦切粒为原料,进行超临界 CO₂ 萃取燕麦油工艺研究及燕麦油品质分析。首先,通过单因素试验探讨各因素对燕麦油萃取率的影响;其次,采用响应面法优化超临界 CO₂ 萃取燕麦油的工艺参数;最后用 GC-MS 分析燕麦油的脂肪酸组成并进行品质分析。结果表明:超临界 CO₂ 萃取燕麦油的最佳工艺参数为装料量 50 g、静态萃取时间 74 min、动态萃取时间 160 min、萃取压力 45 MPa、萃取温度 50 ℃,在此工艺条件下燕麦油萃取率可达 56.99%;超临界 CO₂ 萃取的燕麦油澄清透明,呈金黄色,具有特殊的麦香味,不饱和脂肪酸含量为 87.49%。

关键词:超临界 CO₂ 萃取;燕麦油;脂肪酸组成;品质

中图分类号:TS224;TS222+.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2018)04-0001-06

Supercritical CO₂ extraction of oat oil

LU Dan, ZHANG Wenting, ZHAO Wuqi, HU Xinzhong, LI Xiaoping

(College of Food Engineering and Nutritional Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710119, China)

Abstract: The technology of supercritical CO₂ extraction of oat oil was studied and oat oil quality was analyzed with oat diced as raw material. First of all, through the single factor experiment, the effects of various factors on the extraction rate of oat oil were studied; secondly, supercritical CO₂ extraction technology parameters were optimized by response surface methodology; finally the fatty acid composition and content of oat oil were analyzed by GC-MS and oat oil quality was analysed. The results showed that the optimal technology parameters of supercritical CO₂ extraction of oat oil were obtained as follows: charge amount 50 g, static extraction time 74 min, dynamic extraction time 160 min, extraction pressure 45 MPa and extraction temperature 50 ℃. Under these conditions, the extraction rate reached 56.99%. The oat oil extracted by supercritical CO₂ was clear and transparent, golden yellow with special wheat flavor, and the content of unsaturated fatty acids was 87.49%.

Key words: supercritical CO₂ extraction; oat oil; fatty acid composition; quality

目前,燕麦产品主要有燕麦片、燕麦粉、燕麦米、燕麦谷物饼等,产品加工形式较为单一且其中所含油脂在一定条件下易在脂酶作用下分解生成游离脂肪酸等产物,产生哈味,使燕麦口感欠佳甚至发生变质。因此,在燕麦产品加工中,若想要延缓和阻止燕

麦氧化和酸败,延长燕麦产品的保质期,提取出燕麦及燕麦加工食品中所含油脂是十分必要的。不同产地和品种燕麦的脂肪含量平均值为 6.27%^[1],是谷物中脂质含量最高的。

超临界萃取具有萃取率高、无溶剂残留、操作简便等优点^[2],且符合绿色环保的要求,被广泛应用于植物油脂的萃取^[3]。近年来,超临界 CO₂ 萃取被应用于研究薏苡仁油^[4]、椴籽油^[5]、莴苣籽油^[6]、甜瓜籽油^[7]和蚕蛹油^[8]的萃取,同时也不断应用于食品、医药、化学、化妆品香料工业及其他工业等,成为一种颇具发展潜力的提取技术^[9]。

在燕麦油的提取研究中,多采用磨细的燕麦粉^[10]或是燕麦麸皮^[11-12]作为试验对象,而鲜有以

收稿日期:2017-07-11;修回日期:2017-10-16

基金项目:国家燕麦荞麦产业技术体系项目(CARS-08-D);陕西省科技统筹项目(2015KTZDNY01-07);中央高校团队项目(GK201601002)

作者简介:卢丹(1993),女,在读硕士,研究方向为食品加工工程(E-mail)597533561@qq.com。

通信作者:赵武奇,副教授(E-mail)zwq65@163.com;胡新中,教授(E-mail)hxinzhong@126.com。

切粒状态燕麦作为试验对象进行油脂的提取。用切粒状态的燕麦为研究对象,不仅易于操作,而且提取完油脂的燕麦切粒既达到了延长储存期的目的,又可以继续制成燕麦片及其他燕麦产品。此外,在之前对于脱壳、烘烤、切粒及片状燕麦样品中提取的油脂进行多次酸值、过氧化值和脂肪酸组成的测定试验中均得出切粒状态的燕麦所提取的油脂品质最佳,故本研究以切粒状态燕麦样品作为研究对象进行燕麦油的萃取。

本研究以响应面法对超临界 CO₂ 萃取燕麦油的工艺条件进行优化,并应用 GC-MS 对燕麦油的成分进行分析,以期对燕麦油的工业化生产和探寻新的燕麦及燕麦片的加工方式提供理论参考和试验依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

燕麦(切粒):西麦燕麦有限公司。

石油醚、正己烷、乙酸乙酯、无水乙醇、95%乙醇、异丙醇、碘化钾、淀粉、硫代硫酸钠、环己烷、冰乙酸、一氯化碘、重铬酸钾、氢氧化钾、盐酸、酚酞,均为分析纯;异辛烷、三氯甲烷,色谱纯;CO₂ 气体(纯度 >99.99%)。

SFE-2 型超临界 CO₂ 萃取仪:美国 Applied Separation 公司;ST-310 粗脂肪测定仪:丹麦福斯公司;2010ultra 型单四级杆气质联用仪:日本岛津;HHW-21CU-600 型电热恒温水槽;电子调温电热套;WYA(2WAJ)型阿贝折光仪;BS224S 型电子天平。

1.2 试验方法

1.2.1 燕麦油的超临界 CO₂ 萃取工艺流程

燕麦(切粒)→干燥→称重→萃取釜装料、密封→设定温度、压力参数→超临界 CO₂ 流体萃取→减压分离萃取物→燕麦油。

燕麦油萃取率 = 萃取出的燕麦油质量 / 索氏提取所得燕麦油质量 × 100%

1.2.2 燕麦油品质分析

1.2.2.1 燕麦油感官指标和基本理化指标测定

燕麦油感官指标色泽、透明度、气味、黏度的测定参照文献[13],基本理化指标相对密度、折光指数、酸值、碘值、皂化值、过氧化值的测定分别参照 GB/T 5009.2-2003、GB/T 5527-2010、GB/T 5530-2005、GB/T 5532-2008、GB/T 5534-2008、GB/T 5538-2005。

1.2.2.2 GC-MS 分析燕麦油脂肪酸组成

燕麦油的甲酯化处理、气相色谱-质谱分析条

件参考文献[14]。

1.2.3 数据分析

分析所用样品均采用随机取样的方法,所有试验组的各项指标均测定 3 次,利用 Excel 2007 进行简要计算和作图,统计分析采用 DPS 数据处理软件,响应面分析采用设计专家软件进行处理,采用新复极差法在置信度为 95% 下进行显著性分析,显著水平为 5%。

2 结果与讨论

2.1 超临界 CO₂ 萃取燕麦油单因素试验

2.1.1 静态萃取时间对燕麦油萃取率的影响

在动态萃取时间 160 min、萃取温度 45℃、萃取压力 30 MPa、装料量 50 g 的条件下,探讨静态萃取时间对燕麦油萃取率的影响,结果如图 1 所示。

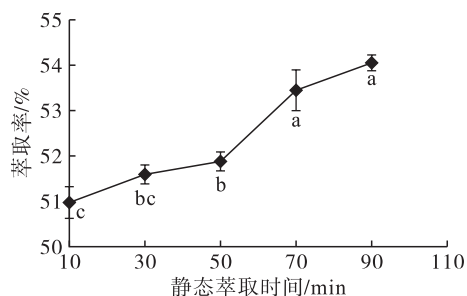


图 1 静态萃取时间对燕麦油萃取率的影响

由图 1 可知,随着静态萃取时间的延长,燕麦油的萃取率先缓慢升高,至 50 min 时增加迅速,但当萃取至 70 min 时,萃取率的升高呈减缓趋势。这主要是因为静态萃取过程是 CO₂ 流体对物料的浸泡过程,当静态萃取时间短于 50 min 时,超临界 CO₂ 流体与溶质之间未达到良好接触,对物料浸泡不完全,萃取率低;当萃取时间超过 50 min 时,CO₂ 流体与物料充分接触,浸泡充分,萃取率较高,但当静态萃取时间过长时,萃取体系已经达到平衡,此时静态萃取时间的延长对萃取率的影响减小^[9]。由 DPS 软件分析可知,静态萃取时间对燕麦油萃取率影响极显著($P < 0.01$)。且在静态萃取时间达到 70 min 后,继续延长静态萃取时间对萃取率的影响不显著,同时考虑到时间成本,静态萃取时间取 70 min。

2.1.2 动态萃取时间对燕麦油萃取率的影响

在静态萃取时间 70 min、萃取温度 45℃、萃取压力 30 MPa、装料量 50 g 的条件下,探讨动态萃取时间对燕麦油萃取率的影响,结果如图 2 所示。

由图 2 可知,当动态萃取时间短于 150 min 时,燕麦油萃取率随萃取时间的延长增加显著,当超过 150 min 时,萃取率增加缓慢。这是由于萃取刚开始时,之前的静态萃取过程已经完成了 CO₂ 流体对物

料的浸泡过程,浸提体系已经达到一定的平衡,燕麦中的部分油脂已被溶出,传质达到良好状态,同时萃取釜中稳定的高压可以破坏物料的细胞结构,从而提高渗透效果,使浸提更加充分,所以在动态萃取的初期萃取率增加较快;但随着萃取时间的进一步延长,即当动态萃取时间超过150 min时,静态萃取时被溶出的油脂已被萃取完全,萃取体系的平衡被打破,超临界CO₂重新进行溶质中油脂的萃取,萃取率增加缓慢。由DPS软件分析可知,动态萃取时间对燕麦油萃取率影响极显著($P < 0.01$)。在动态萃取时间达到150 min后,萃取时间的延长对萃取率的影响不显著,因此确定动态萃取时间为150 min。

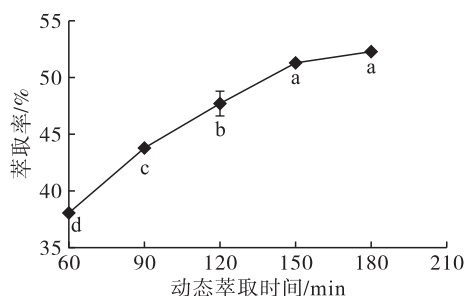


图2 动态萃取时间对燕麦油萃取率的影响

2.1.3 萃取温度对燕麦油萃取率的影响

在静态萃取时间70 min、动态萃取时间150 min、萃取压力30 MPa、装料量50 g的条件下,探讨萃取温度对燕麦油萃取率的影响,结果如图3所示。

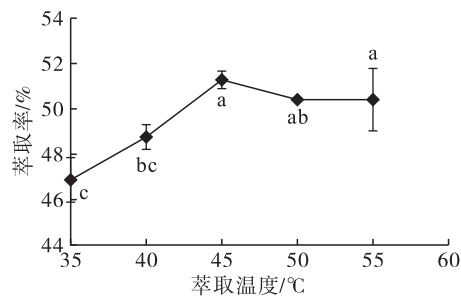


图3 萃取温度对燕麦油萃取率的影响

由图3可知,随着萃取温度的升高,燕麦油萃取率也增加,当萃取温度为45 °C时,萃取率达到最大;然后随着萃取温度的进一步升高,萃取率反而下降。这是因为萃取温度对超临界CO₂萃取效果的影响是两方面综合作用的结果:一方面随着萃取温度的升高,燕麦油的蒸汽压增大,使分子间热运动加剧,燕麦油在CO₂中的溶解度增大而有利于萃取的进行;另一方面,萃取温度升高,超临界流体密度降低,导致CO₂流体的溶剂化效应下降,使燕麦油在其中的溶解度下降^[15]。由DPS软件分析可知,萃取温度对燕麦油萃取率影响显著($P < 0.05$)。综合分析,选择萃取温度为45 °C。

2.1.4 萃取压力对燕麦油萃取率的影响

在静态萃取时间70 min、动态萃取时间150 min、萃取温度45 °C、装料量50 g的条件下,探讨萃取压力对燕麦油萃取率的影响,结果如图4所示。

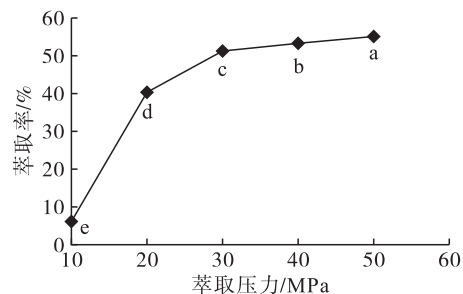


图4 萃取压力对燕麦油萃取率的影响

由图4可知,随着萃取压力的升高,萃取率逐渐升高。这主要是因为萃取压力升高,CO₂密度增大,从而对溶质溶解性能增加,有利于萃取。但过高的萃取压力耗能增多且会影响设备的使用寿命。由DPS软件分析可知,萃取压力对超临界CO₂流体萃取燕麦油影响极显著($P < 0.01$)。综合考虑,选择萃取压力为40 MPa。

2.1.5 装料量对燕麦油萃取率的影响

在静态萃取时间70 min、动态萃取时间150 min、萃取温度45 °C、萃取压力40 MPa的条件下,探讨装料量对燕麦油萃取率的影响,所用圆柱形萃取釜的内径为3 cm,可装料高度为10 cm,结果如图5所示。

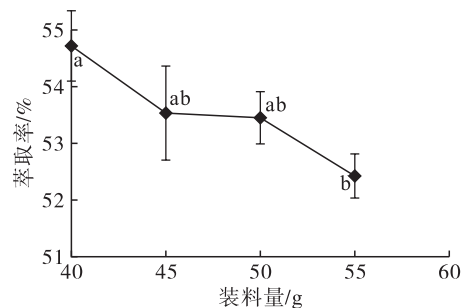


图5 装料量对燕麦油萃取率的影响

由图5可知,随着装料量的增加,燕麦油萃取率逐渐降低。这是由于随着装料量增加,萃取釜内原料的堆积密度增大,增加了CO₂流体的扩散阻力,导致气流分布不均匀,形成沟流、混返等,影响传质效果。但装料量过少则不能充分发挥设备的萃取能力,使设备利用率降低。由DPS软件分析可知,装料量对燕麦油萃取率影响不显著($P > 0.05$)。当装料量为40、45、50 g时萃取率无显著差异,所以选择装料量为50 g。

2.2 超临界CO₂萃取燕麦油的响应面试验

2.2.1 响应面试验结果及模型的建立

在单因素试验的基础上,利用响应面分析法^[16]

进行超临界 CO₂ 萃取燕麦油工艺条件的优化。固定装料量 50 g, 选择静态萃取时间(X_1)、动态萃取时间(X_2)、萃取压力(X_3)、萃取温度(X_4)为因素, 萃取率(Y)为考察目标, 进行四因素五水平响应面优化试验。响应面试验设计及结果见表 1, 方差分析见表 2。

表 1 响应面试验设计及结果

试验号	X_1	X_2	X_3	X_4	$Y/\%$
1	1(85 min)	-1(140 min)	1(45 MPa)	1(50 °C)	54.32
2	0(70 min)	0(150 min)	0(40 MPa)	0	54.20
3	1	1(160 min)	-1(35 MPa)	1	54.18
4	0	0	0	0(45 °C)	54.33
5	1	-1	-1	-1(40 °C)	47.47
6	-1(55 min)	-1	-1	1	50.91
7	1	-1	1	-1	52.02
8	0	0	0	0	54.78
9	-1	1	1	-1	51.49
10	-1	-1	1	-1	49.55
11	-1	-1	-1	-1	46.44
12	-1	1	1	1	55.51
13	0	0	0	0	54.68
14	1	1	1	-1	52.97
15	1	1	1	1	56.96
16	-1	1	-1	1	53.25
17	0	0	2(50 MPa)	0	55.16
18	0	0	0	0	54.59
19	1	1	-1	-1	49.18
20	1	-1	-1	1	52.54
21	0	0	0	0	54.72
22	2(100 min)	0	0	0	51.56
23	-1	1	-1	-1	48.53
24	0	0	-2(30 MPa)	0	49.28
25	0	2(170 min)	0	0	54.68
26	-1	-1	1	1	53.60
27	0	0	0	2(55 °C)	55.66
28	0	0	0	-2(35 °C)	47.60
29	-2(40 min)	0	0	0	50.06
30	0	-2(130 min)	0	0	50.08

表 2 方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P	显著性
模型	229.91	14	16.42	127.83	<0.000 1	**
X_1	7.46	1	7.46	58.10	<0.000 1	**
X_2	24.76	1	24.76	192.71	<0.000 1	**
X_3	53.02	1	53.02	412.66	<0.000 1	**
X_4	103.04	1	103.04	802.01	<0.000 1	**
X_1X_2	0.11	1	0.11	0.86	0.368 1	
X_1X_3	0.22	1	0.22	1.72	0.209 4	
X_1X_4	0.05	1	0.05	0.38	0.546 3	
X_2X_3	3.00	1	3.00	0.05	0.822 9	
X_2X_4	0.21	1	0.21	1.63	0.220 6	
X_3X_4	1.49	1	1.49	11.63	0.003 9	**
X_1^2	23.55	1	23.55	183.30	<0.000 1	**

续表 2

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P	显著性
X_2^2	7.84	1	7.84	61.05	<0.000 1	**
X_3^2	9.07	1	9.07	70.60	<0.000 1	**
X_4^2	14.31	1	14.31	111.40	<0.000 1	**
残差	1.93	15	0.13			
失拟项	1.65	10	0.17	3.04	0.115 9	
纯误差	0.27	5	0.05			
总和	231.84	29				

利用回归系数建立燕麦油萃取率与4个因素的多元回归方程,剔除不显著项($\alpha \geq 0.05$)得到简化回归方程: $Y = 54.55 + 0.56X_1 + 1.02X_2 + 1.49X_3 + 2.07X_4 - 0.31X_3X_4 - 0.93X_1^2 - 0.53X_2^2 - 0.58X_3^2 - 0.72X_4^2$ 。

从表2可以看出,回归方程模型的 $P < 0.000 1$,表明回归模型极显著;失拟项 $P = 0.115 9 > 0.05$,不显著。回归方程的确定系数 $R^2 = 0.991 7$,回归方程的调整确定系数 $R_{Adj}^2 = 0.983 9$,说明回归方程的预测值与实际值拟合良好,试验误差较小,能正确反映燕麦油萃取率与静态萃取时间、动态萃取时间、萃取压力、萃取温度4个因素之间的关系。因此,可以用此模型分析和预测超临界 CO_2 萃取燕麦油的工艺参数。

回归模型中一次项 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 达到极显著水平,二次项 X_1^2 、 X_2^2 、 X_3^2 、 X_4^2 达到极显著水平,交互项中 X_3X_4 影响极显著。各因素在试验取值范围内对燕麦油萃取率影响的主次顺序为 $X_4 > X_3 > X_2 > X_1$,即萃取温度 > 萃取压力 > 动态萃取时间 > 静态萃取时间。

2.2.2 最优工艺参数的确定及验证

表3 超临界 CO_2 萃取燕麦油的基本理化指标

相对密度(d_4^{20})	折光指数(n_D^{20})	酸值(KOH)/(mg/g)	碘值(I)/(g/100 g)	皂化值(KOH)/(mg/g)	过氧化值/(mmol/kg)
0.918 8 ± 0.000 1	1.471 1 ± 0.000 1	3.995 9 ± 0.214 1	95.785 0 ± 4.689 1	196.110 0 ± 8.805 5	3.962 1 ± 0.189 0

由表3可知,超临界 CO_2 萃取燕麦油的各项指标均满足GB 2716—2005《食用植物油卫生标准》。

GB 2716—2005对食用植物油酸值有统一的最限量标准,即食用植物油成品油的酸值(KOH)小于等于3 mg/g,植物原油的酸值(KOH)小于等于4 mg/g。在国家其他标准中实行质量分级管理。所以,超临界 CO_2 萃取燕麦油的酸值可达到植物原油标准。世界卫生组织(WHO)推荐过氧化值不应超过5 mmol/kg,GB 2716—2005规定食用植物油和植物原油的过氧化值都必须小于等于0.25 g/100 g(相当于9.85 mmol/kg)。超临界 CO_2 萃取燕麦油

根据试验数据及Design Expert软件分析,同时考虑到实际操作的局限性,对优化参数进行调整,调整后的超临界 CO_2 萃取燕麦油最佳工艺参数为静态萃取时间74 min、动态萃取时间160 min、萃取压力45 MPa、萃取温度50℃,在此条件下燕麦油萃取率预测值为57.16%。在最佳条件下进行3次验证试验,得到的平均萃取率为56.99%,与理论预测值相对误差仅为0.297%,得到的优化工艺参数准确可靠,具有实用价值。

与燕麦粉为提取原料相比,燕麦切粒提取油脂的萃取率略低,可能原因是燕麦切粒不易于油脂的渗出,但试验的目的在于延长燕麦的储存期,以燕麦切粒为原料进行超临界 CO_2 萃取油脂,不仅延长了燕麦的储存期,而且萃取后的燕麦切粒可以继续生产加工,制成燕麦片或燕麦粉等多种燕麦产品,方便工厂化生产。

2.3 超临界 CO_2 萃取燕麦油品质分析

2.3.1 感官指标

超临界 CO_2 萃取出的燕麦油颜色金黄,澄清透明不黏稠,呈麦香味。

2.3.2 基本理化指标(见表3)

的过氧化值为3.962 1 mmol/kg,符合标准要求。

2.3.3 燕麦油脂肪酸组成的GC-MS分析

根据NIST标准质谱数据库和人工谱图解析相结合的手段进行检索,对总离子流图中各组分进行峰面积归一化,得出燕麦油脂肪酸组成及相对含量见表4。

由表4可知,经GC-MS分析,燕麦油中共鉴定出了9种脂肪酸,分别为肉豆蔻酸、棕榈油酸、十七烷酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、花生烯酸、芥酸和木蜡酸。燕麦油不饱和脂肪酸含量在85%以上,其中不饱和脂肪酸含量最高的是油酸,达到51.44%。

油酸对预防动脉硬化、心血管疾病等均有作用,尤其对中老年人的心脑血管健康非常重要。燕麦油中人体必需脂肪酸——亚油酸含量达到 33.45%。

表 4 超临界 CO₂ 萃取燕麦油的脂肪酸组成 %

脂肪酸	相对含量	脂肪酸	相对含量
肉豆蔻酸	0.37	花生烯酸	2.44
棕榈油酸	0.06	芥酸	0.10
十七烷酸	0.07	木蜡酸	0.16
硬脂酸	4.77	未知脂肪酸	7.14
油酸	51.44	不饱和脂肪酸	87.49
亚油酸	33.45		

3 结 论

(1) 超临界 CO₂ 萃取燕麦油最佳工艺参数为装料量 50 g、静态萃取时间 74 min、动态萃取时间 160 min、萃取压力 45 MPa、萃取温度 50 ℃。在最佳工艺条件下燕麦油萃取率为 56.99%。

(2) 经 GC-MS 分析,超临界 CO₂ 萃取燕麦油共鉴定出 9 种脂肪酸,分别为肉豆蔻酸、棕榈油酸、十七烷酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、花生烯酸、芥酸和木蜡酸。燕麦油不饱和脂肪酸含量达到 87.49%,其中油酸含量达到 51.44%,亚油酸含量达到 33.45%。

(3) 超临界 CO₂ 萃取燕麦油的相对密度(d_4^{20})、折光指数(n^{20})、酸值(KOH)、过氧化值、碘值(I)、皂化值(KOH)分别为 0.918 8、1.471 1、3.995 9 mg/g、3.962 1 mmol/kg、95.785 0 g/100 g、196.110 0 mg/g。

参考文献:

[1] 郭丽娜. 燕麦品种品质及其降血脂功效研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2014.

[2] ARIAS M, PENICHERET I, YSAMBERTT F, et al Fast supercritical fluid extraction of low- and high-density polyethylene additives comparison with conventional reflux and automatic Soxhlet extraction [J]. J Supercrit Fluid, 2009, 50(1): 22-28.

[3] 宋雪梅, 祝霞, 蒋玉梅, 等. 超临界 CO₂ 萃取燕麦油的技术研究及其脂肪酸分析[J]. 食品工业科技, 2007

(5): 138-142

[4] 夏菁, 施蕊, 张静美, 等. 薏苡仁油的超临界 CO₂ 萃取工艺及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2017, 42(6): 9-11.

[5] 哈及尼沙·吾甫尔, 张君萍, 木巴拉克·依明. 榧籽油超临界 CO₂ 萃取及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2016, 41(10): 11-14.

[6] 贺绍琴, 张君萍, 阿布力米提·伊力, 等. 莠苣籽油的超临界 CO₂ 萃取工艺及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2015, 40(1): 1-5.

[7] 古丽米热·卡哈尔, 张君萍, 古丽娜尔·卡斯木, 等. 超临界 CO₂ 萃取甜瓜籽油工艺及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2014, 39(12): 13-16.

[8] 林春梅, 周鸣谦. 超临界 CO₂ 萃取蚕蛹油及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2012, 37(11): 20-23.

[9] 周端, 王晓宇, 赵锐洋, 等. 超临界流体萃取技术及其在油脂中的应用进展[J]. 农产品加工, 2012(8): 39-42.

[10] ARO H, JÄRVENPÄÄ E, KÖNKÖ K, et al. The characterisation of oat lipids produced by supercritical fluid technologies[J]. J Cereal Sci, 2007, 45: 116-119.

[11] HAN S Y, SONG X M, ZHU X. Supercritical carbon dioxide extraction of oat bran oil and its fatty acid composition[J]. Food Sci, 2010, 31(16): 253-257.

[12] 何文兵, 韩舜愈, 宋雪梅, 等. 超临界 CO₂ 萃取燕麦麸油的工艺研究[J]. 甘肃农业大学学报, 2007, 42(3): 102-105.

[13] 李燕杰, 高新亮, 甄成, 等. 植物油感官分析方法的研究[J]. 中国油脂, 2008, 33(1): 68-70.

[14] 石珂心, 赵武奇, 谷如祥, 等. 超临界 CO₂ 萃取樱桃仁油及 GC-MS 分析[J]. 中国粮油学报, 2016, 31(1): 60-64, 69.

[15] 钟华, 蒲彪, 胡旭. 超临界 CO₂ 萃取疯树籽油工艺的响应面优化[J]. 中国粮油学报, 2011, 26(5): 47-52.

[16] BOX G E P, BEHNKEN D W. Some new three level design for the study of quantitative variables[J]. Technometrics, 1960, 2(4): 455-475.