

超临界 CO₂ 萃取技术在植物油脂提取中的应用

任 飞^{1,2}, 韩 发¹, 石丽娜^{1,2}, 包苏科^{1,2}, 师生波¹

(1. 中国科学院 西北高原生物研究所, 西宁 810008; 2. 中国科学院 研究生院, 北京 100049)

摘要: 对超临界 CO₂ 萃取技术的原理、应用范围、特点、分类和国内外研究现状进行了介绍, 综述了超临界 CO₂ 萃取在植物油脂提取中的应用情况, 讨论了萃取压力、萃取温度、萃取时间、CO₂ 流量、原料物性(粒度、含水量)、夹带剂等因素对植物油脂萃取率的影响, 可为确定植物油脂超临界萃取的最佳考察因素及其水平提供参考; 同时也分析了超临界 CO₂ 萃取技术的局限性及存在的问题, 并对其在植物油脂萃取方面的应用前景进行了展望。

关键词: 超临界 CO₂ 萃取技术; 植物油脂; 研究进展

中图分类号: TS224; TQ028 文献标志码: A 文章编号: 1003-7969(2010)05-0014-06

Application of supercritical CO₂ fluid extraction technology of vegetable oil

REN Fei^{1,2}, HAN Fa¹, SHI Lina^{1,2}, BAO Suke^{1,2}, SHI Shengbo¹

(1. Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China;

2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The principles, applications, characteristics, classification and study status at home and abroad of supercritical CO₂ fluid extraction technology were introduced. The application of supercritical CO₂ fluid in vegetable oil extraction and the influence factors (pressure, temperature, CO₂ flux, extraction time, properties of material, co-solvent, etc.) were reviewed. In addition, the limitations and problems of the supercritical CO₂ fluid extraction technology were analyzed, and the application prospect of the technology was performed.

Key words: supercritical CO₂ fluid extraction technology; vegetable oils; research progress

植物油脂是人体必需脂肪酸的主要来源, 同时也是食品、香料、化工等的重要原料。随着新的植物油脂资源的不断开发及其生理功能和作用逐渐被揭示, 人们越来越重视油脂的萃取工艺方法的选择^[1]。目前植物油脂制取方法主要有机械压榨法、溶剂浸出法、超临界流体萃取法及水代法等。

超临界 CO₂ (SC-CO₂) 萃取技术是目前国内外竞相研究开发的新一代高效分离及分析技术, 因其具有良好的溶剂性质, 被广泛地应用于植物油脂的提取^[2]。本文对 SC-CO₂ 萃取技术的相关原理、特

点、影响因素等进行分析, 综述其在近年来油脂提取方面的应用现状, 展望其作为目前研究的热点技术之一在油脂提取与加工领域等多方面的发展前景。

1 SC-CO₂ 萃取技术

在超临界流体中, CO₂ 因其临界压力(7.38 MPa)和临界温度(31.3℃)都较低, 较容易达到超临界态而成为一种最常用的有机物萃取剂。利用 SC-CO₂ 作为溶剂萃取植物油脂, 与传统的油脂萃取技术相比, 具有以下优势和特点^[3-6]: ① CO₂ 是一种不燃烧、无毒、资源丰富、易得、价格低廉、环境友好的溶剂, 具有生产安全性, 而且 SC-CO₂ 具较高的扩散性、溶解能力强。② 选择性好。CO₂ 的溶解能力可以通过调节温度和压力控制, 从而有选择性地萃取目的产品, 减小杂质并使目的产品的有效成分高度富集, 改善产品质量和外观, 且工艺简单, 省

收稿日期: 2009-09-17; 修回日期: 2010-01-19

基金项目: 青海省重点科技攻关项目(2005-N-102)

作者简介: 任 飞(1985), 男, 在读硕士, 主要从事野生油料资源方面的研究工作(E-mail)flyanywhere2004@163.com。

通讯作者: 韩 发, 研究员(E-mail)hanfa@nwipb.ac.cn。

时省力,三废污染少。③CO₂在常温常压下为气体,所得产品无有机溶剂残留。④低温操作,保护活性物质的生理活性,能取得有效成分稳定、质量较高的产品。在植物油脂的提取过程中能较好地保护蛋白质成分,有利于蛋白质的利用。⑤通过SC-CO₂得到的油脂含磷少,色泽浅,后处理中可省去脱胶脱色;通过工艺调整,除去大部分游离脂肪酸,从而省去脱酸步骤,不仅简化了工艺,还避免了营养成分在精炼过程中的损失。

2 SC-CO₂萃取技术在植物油脂提取中的应用

自第1台商业化SC-CO₂萃取仪器进入市场起,SC-CO₂便被不断地应用于植物油脂的提取。最初的提取多为植物原料的简单萃取,几乎得不到高纯度的产品。后来为了得到纯度较高的高附加值产品,对超临界流体萃取技术的研究越来越多。发达国家如德国、法国等在这方面做了很多研究工作,目前研究的体系有甾醇、维生素E、柑橘油和各种不饱和脂肪酸,研究内容有相平衡、理论级计算、理论

塔板高度和传质单元高度的确定,工艺操作条件的优选,萃取柱内的浓度分布、能耗估算、萃取柱设计、过程工艺与设备的数学模拟等。国内这方面的研究起步于20世纪80年代初,在几十年的研究中也取得了极大地进步。但由于超临界流体萃取技术在工艺、设备和工程上尚存在许多难点及受国内行业综合技术水平的限制,与世界先进水平相比,我国的超临界流体萃取技术、设备质量还不够高,测量手段也较为落后,在研究的深度和广度上都与国外有相当大的差距,开发利用和研究的空间很大。近年来,各国对超临界流体萃取具有高附加值植物油脂的理论研究和应用方面进行了有益的探索并取得较大进展,其中研究的重点是影响萃取的因素、模型的建立、成分的分析及工艺条件的优化等,并开始由实验室、小批量向工业化阶段转变^[6,7],萃取对象包括了多种植物油料以及许多含有挥发油等成分的药用植物原料,本文仅摘录部分实例,具体见表1。

表1 一些植物油脂的SC-CO₂萃取工艺参数^[3,6,8-21]

产品	萃取条件			CO ₂ 流量	萃取结果
	压力/ MPa	温度/℃	时间/h		
月见草油	30	35	2	40 kg/h	萃取率约88.2%,含GLA 8.63%
火麻籽油	12~15	35~36	1.5	40 L/kg	萃取率86%~92%,含油率5.5%
枸杞籽油	25~30	37	7		萃取率87.5%,含油率17.28%
番茄籽油	约22	40~50	1~2		萃取率约87.6%,含油率22%
大豆磷脂	30	55	1.9	35 kg/h	出油率1.9%
大豆胚芽油	32	45	1.5	20~30 kg/h	萃取率95%
亚麻籽油	30	45	3~4	100 kg/h	萃取率95%
沙棘籽油	28~30	48~50	3	3~4 kg/h	出油率6.8%
紫苏籽油	20	40	6	30 L/h	萃取率37.2%,α-亚麻酸含量71%
杏仁油	44.1	43.8	1.56	10.1 mL/min	萃取率86.54%±0.66%
葡萄籽油	20~30	35~50	3.5	40 kg/h	萃取率>93%
南瓜籽油	30	45	2.5	25 kg/h	萃取率92.6%
猕猴桃籽油	30	45	2.5	6 L/min	萃取率>97%
胡麻籽油	30	45	2	25 L/h	萃取率为36.70%
燕麦油	15	35	3		出油率6.57%,不饱和脂肪酸占82.26%
玉米胚芽油	35	50	3		萃取率97.3%,不饱和酸含量86%以上,亚油酸含量60%
小麦胚芽油	20	35		4 L/min	萃取率97.5%,油酸含量80%
椰子油	20.7	60		1.2 mL/min	萃取率92.37%,中链脂肪酸(MCTs)含量60%
印加果籽油	40	60		4×10 ⁻⁵ kg/s	萃取率92.3%,油酸含量50.1%
茶籽油	35	55	1.5		萃取率>90%,油酸含量57.09%±1.63%
石榴籽油	37.9	47		21.3 L/h	石榴酸含量>59%
核桃油	30	50	4	25 kg/h	萃取率52.4%
仙人掌种子油	46.96	46.51	2.79	10 kg/h	出油率6.65%,油酸含量66.56%

多年来各国在应用SC-CO₂技术提取植物油脂及其他高附加值脂类过程中,取得了较为成熟的

技术认知:①含有大量多不饱和脂肪酸的植物油脂其SC-CO₂萃取条件一般较为温和,压力20~30

MPa, 温度 35~45℃; ②因脂类在 SC-CO₂ 中溶解度较低, 故必须采用较高的 CO₂ 流量和较长的萃取时间, 选取合适的夹带剂以提高溶解度; ③原料粉碎粒度一般为 40~60 目, 水分含量小于 5%; ④富含生物碱的物质提取时常使用夹带剂(如 76% 乙醇或 95% 乙醇)以提高萃取率, 缩短萃取时间^[3]。

3 影响植物油脂 SC-CO₂ 萃取的因素

通常认为影响 SC-CO₂ 萃取的参数主要包括萃取压力、萃取温度、萃取时间、CO₂ 流量, 萃取原料的物性(主要是含水量和粉碎粒度)和夹带剂对萃取率也有影响。在研究过程中, 通常会将 SC-CO₂ 萃取与其他方法如索氏提取法进行对比, 以证实这种方法的有效性和可重复性。

3.1 萃取压力

萃取压力是 SC-CO₂ 萃取的最重要工艺参数之一。不同原料在不同超临界条件下的溶解度曲线表明, 萃取物在 SC-CO₂ 中的溶解度与 SC-CO₂ 的密度密切相关, 而萃取压力是改变超临界流体对物质溶解能力的重要参数, 这种溶解度与萃取压力的关系构成 SC-CO₂ 流体萃取过程的基础^[21, 22]。通过改变萃取压力可以使超临界流体的密度发生变化, 改变传质距离, 改变溶质和溶剂之间的传质效率, 从而增大或减小它对物质的溶解能力。随着超临界萃取压力的增加, 萃取物的溶解度一般都会急剧上升。在萃取温度、CO₂ 流量恒定时, 萃取压力增大, SC-CO₂ 密度增大, 分子间距离减小, 分子运动加剧, 内部分子间的相互作用能急剧加大, 使之更加接近油脂内部分子间的作用能。按相似相溶原理, 植物油脂在 CO₂ 中的溶解度增加。但二者并非呈线性关系, 当萃取压力增加到一定程度时, 植物油脂在 CO₂ 中的溶解度增加缓慢, 存在一个“最大溶解度”萃取压力的问题。并且萃取压力过大, 将原料压缩成块, 不利于萃取, 萃取出来的油脂色泽变暗(高压下 CO₂ 将原料中的部分色素也萃取了出来)。另外, 考虑到高压会增加设备投资和操作费用, 并影响油脂的纯度, 因此萃取压力并非越高越好。一般最佳萃取压力的确定需要综合考虑原料性质、溶解油脂能力、浸出的选择性、产品质量、设备投资等多种因素。综合文献资料, 植物油脂的萃取压力一般应在 20~30 MPa 之间。

另外, 萃取压力的改变对植物油脂的酸值和碘值也有影响。薛松等^[23] 人用 SC-CO₂ 萃取玉米胚芽油的实验表明: 随萃取压力的增加, 玉米胚芽油的酸值有下降趋势, 且酸值也随分离压力增大而降低。

尹卓容等^[22] 人利用在初始阶段低压萃取, 使一部分游离脂肪酸先分离出来, 可以大大降低玉米胚芽油的酸值, 这种分段提取的方法可以改善选择性, 现已被广泛应用于游离脂肪酸的分离。

3.2 萃取温度

萃取温度是影响 SC-CO₂ 密度的另一个十分重要的参数, 与萃取压力相比, 萃取温度对 SC-CO₂ 流体萃取过程的影响要复杂得多。在一定萃取压力下, 萃取温度对植物油脂萃取的影响有两种趋势: 一是随温度的升高, 油脂收率逐渐增加, 当超过一定温度时, 又逐渐下降, 这种情况在萃取压力较高时出现。这是因为萃取压力大时, CO₂ 密度高, 可压缩性小, 升温时 CO₂ 密度降低较少, 但大大提高了待分离组分的蒸气压和物料的扩散系数, 而使溶解能力提高。二是随温度增加, 产品收率呈降低趋势, 这种情况在较低萃取压力下出现。这是因为在 SC-CO₂ 临界点附近, 压力较低时, SC-CO₂ 的可压缩性大, 升温时 CO₂ 密度急剧下降, 此时虽可提高分离组分的挥发度和扩散系数, 但难以补偿 CO₂ 密度降低所造成的溶解能力下降^[22]。另外, 温度升高, 在萃取率增大的同时, 杂质的溶解度也会相应增大, 从而增加了分离纯化过程的难度, 这反而有可能降低产品的收率, 并且高温有可能造成某些成分的变性、分解或失效, 因此在选择萃取温度时要综合考虑这些因素。由于植物油脂大多都含有不饱和脂肪酸, 故萃取温度应较为温和, 一般在 30~50℃ 之间。

3.3 萃取时间

实验表明, 萃取时间越长, 出油率越高。在萃取的初始阶段, 出油率增加显著; 但随着萃取时间的延长, 出油率增长缓慢, 存在一个经济时间的终点, 且萃取的选择性也下降。为降低成本, 提高设备效率, 综合考虑萃取时间一般为 1~3 h。较其他萃取技术而言, SC-CO₂ 萃取所需时间较短。在保证油脂收率的情况下, 40 min~3 h 对于绝大多数样品来说已经足够。

另外, 萃取时间影响油脂的脂肪酸组成。在 40℃、24.5 MPa 下萃取番茄籽油时, 最初 30 min 低碳链脂肪酸(C_{10:0}, C_{12:0}, C_{13:0}, C_{14:0}, C_{14:1})被萃取出来^[24]。Zaidul 等^[25] 人研究 SC-CO₂ 萃取棕榈油的结果亦表明较短链的脂肪酸在萃取开始时含量较高。薛松等^[23] 人用 SC-CO₂ 流体萃取玉米胚芽油的实验表明, 在萃取温度、萃取压力一定时, 随萃取时间的延长, 油中相对易挥发组分棕榈酸的含量逐渐减少, 相对难挥发组分油酸的含量逐渐增多。

3.4 CO₂ 流量

CO₂ 流量的变化对 SC - CO₂ 萃取有两个方面的影响。一方面, CO₂ 流量增加, 可增大萃取过程的传质推动力, 也相应地增大了传质系数, 使传质速率加快, 较快达到平衡溶解度, 从而提高萃取能力, 缩短萃取时间; 但另一方面, CO₂ 流量过大, 会造成萃取器内 CO₂ 流速增加, 使 CO₂ 停留时间缩短, 从而使 CO₂ 与被萃取物接触的时间减少, 不利于萃取率的提高, 增加生产成本^[25]。因此, CO₂ 流量在萃取中存在一个最佳值。一般原料含油率高时, CO₂ 流量大则有利于提取。但实际上, CO₂ 流量在操作中不容易控制。

3.5 夹带剂

由于纯 CO₂ 本身的非极性特点, 大大限制了其应用范围。油脂在 SC - CO₂ 中的溶解度一般较低, 为提高溶解度, 可以考虑加入夹带剂。加入夹带剂可以增加萃取率或改善选择性, 并有效降低萃取压力。据文献报道^[26], 当夹带剂的质量分数达到 10% 时油脂萃取率可以提高到 97% 左右。禹慧明等^[27]人用 SC - CO₂ 萃取被孢霉中 γ -亚麻酸时用 10% 甲醇作夹带剂, 使萃取率提高 4 倍, 操作压力从 38.3 MPa 降至 13.4 MPa。然而, 夹带剂的用量必须是相对 CO₂ 流量而言的, 其往往有一个最佳值, 太大或太小都不好。需要特别指出的是, 相对于溶质来说, 好的溶剂也是好的夹带剂。油脂萃取中为避免有机溶剂残留, 常用乙醇作为夹带剂。乙醇是具有强烈亲核成性的极性物质, 它很容易提供一对电子与带正电荷的碳基结合, 增加溶剂 CO₂ 的极性, 同时也增加了被萃取物油脂的极性, 使整个体系分离因子增大, 从而提高了萃取率。

3.6 原料物性的影响

原料的物性主要指含水量和粉碎粒度等。研究发现, 物料的水分含量对超临界流体的萃取率有一定程度的影响。一定量的水分溶解在 SC - CO₂ 中, 起到了夹带剂的作用, 有利于萃取率和萃取速率的提高。然而含水量较高时, 容易在原料表面形成一层连续相的水膜, 不利于溶质的溶出, 使超临界流体萃取变得困难。另外, 水分含量过高时, 会使 CO₂ 流体中夹带的水分在 CO₂ 冷却时发生结冰现象导致管路“冻塞”, 影响萃取的连续进行。研究表明: 原料中 5% ~ 7% 的含水量在 SC - CO₂ 萃取过程中的萃取率最高^[28]。

在其他萃取条件相同的条件下, 原料的粒度大小对 SC - CO₂ 萃取过程有着重要的影响。一般来说,

说, 原料粒度越小, 超临界流体与其接触面积越大, 原料破壁的几率就越高, 内传质阻力也越低, 有利于提高萃取率。但原料粒度太小, 则堆积密度越大, 增大了外传质阻力, 传质扩散系数较小, 也有可能在压力作用下使原料迅速板结成块, 易导致气路堵塞, 造成无法连续萃取, 从而影响萃取效果。粒度的选择也与原料本身有关, 如小麦胚芽可能因其本身质地疏松, 粒度大小基本不影响萃取率, 但在萃取质地坚硬的(如带有硬壳)、目标物主要存在于植物细胞内的原料时, 粒度相对要小一些(40~60 目)。但实验研究发现, 植物油脂萃取过程中, 由于原料含油率高, 给粉碎带来一定难度, 粒度较大, 不能达到破壁效果, 萃取率低; 粒度过细, 粉碎过程容易结块, 不能过筛, 也影响萃取效果, 因此原料粒度在实际的控制中也比较难。

4 SC - CO₂ 萃取技术的局限性及存在的问题

目前, SC - CO₂ 萃取技术在各方面的应用正日益受到前所未有的重视, 它在理论上和应用上都已经证明了具有广阔的前景。但是作为一种新技术, SC - CO₂ 萃取也有其局限性。首先, SC - CO₂ 萃取技术较适合于亲脂性的和相对分子质量较小的物质的萃取, 但是它对极性偏大或相对分子质量偏大的有效成分的提取效率却较差, 还需要加入合适的夹带剂。而夹带剂在产品中有可能残留, 这就会影响产品的质量, 也有违使用 SC - CO₂ 萃取技术的本意。另外, SC - CO₂ 提取的油其氧化稳定性要明显低于传统方法生产的油, 这是由于 SC - CO₂ 提取的油磷脂含量太低的缘故, 磷脂本身并无抗氧化能力, 但它是抗氧化剂生育酚的显著增效剂。不过此缺点可以通过向油中添加一定的磷脂来克服。

其次, 夹带剂的正确选择和使用对萃取效果影响甚大, 能大大拓宽 SC - CO₂ 在生理活性物质萃取上的应用范围, 但目前在使用上还缺乏足够的理论方面的研究, 可测性差, 主要靠实验摸索。另外, SC - CO₂ 萃取技术在应用过程中面临设备须耐高压、密封性好等一次性投资较大的问题, 其产品成本较高, 普及率较低, 难以规模化、企业化, 在应用方面也因此受到限制, 只能选择附加值高的产品作为萃取对象。并且在油脂提取分离中, 由于各种脂肪酸的化学结构非常相近, 极性也相当, 夹带剂的作用只能使 CO₂ 的萃取能力增强, 体系操作压力降低而不能改变溶剂极性, 提高选择性。

此外, 超临界技术研究在我国仅仅经历了 20 多年的发展, 很多研究仅限于萃取工艺的改进, 对超临界萃取的基础研究不够深入, 基础数据不够完善, 很

多时候以萃取物的得率为指标,未能明确目的产物,导致萃取物的有效物质成分含量低,产品等级就相应降低;对产物的产品质量指标、产品的溶解度等的研究都还很缺乏。

5 展望

目前,SC-CO₂萃取技术作为一种新兴技术,已初步显示其优势,在植物油脂提取、中药有效成分提取、天然产物研究、食品、化工、香料等多个方面都得到了广泛的应用,尤其在植物油脂的萃取方面具有较好的应用前景。超临界萃取技术还可与现代分析技术相结合,如薄层色谱、气相色谱、液相色谱、气-质联用仪、液-质联用、精馏等,因而更能高效、快速地对所提取的植物油脂进行成分分离和分析。国外在超临界萃取中已经采用了全氟聚醚碳酸胺(PEPE),这使得SC-CO₂萃取技术的应用已扩展到水溶性成分,所以开发研究水溶性超临界提取,对研究传统中药的有效成分等方面具有极其重要的实际意义。

今后研究的一个重点方向,应在夹带剂方面有新的突破,以扩大SC-CO₂萃取的应用范围,提高选择性,简化工艺、降低因不良夹带剂带来的成本增加、有残留使其分离纯化困难以及操作中的燃、爆危险性。另外,开发一种低压、低温、不带夹带剂的超临界装置,其意义重大。有理由相信,SC-CO₂萃取技术必将有更加广阔的应用前景。

参考文献:

- [1] 徐响,刘光敏,高彦祥.超临界CO₂萃取植物籽油的研究进展[J].粮油食品科技,2008,16(1):31-35.
- [2] ARIAS M, PENICHET 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 Fluids, 2009, 50(1): 22-28.
- [3] 钱培德.油脂加工技术[M].北京:化学工业出版社,2007.
- [4] XIAO J P, FAN C Z. Progress in research of supercritical fluid technology[J]. Prog Chem, 2001, 13(2): 94-101.
- [5] PANFILI G, CINQUANTA L, FRATIANNI A, et al. Extraction of wheat germ oil by supercritical CO₂: oil and defatted cake characterization[J]. J Am Oil Chem Soc, 2003, 80(2): 157-161.
- [6] REVERCHON E, MARCO I D. Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter[J]. J Supercrit Fluids, 2006, 38(2): 146-166.
- [7] ANGELA M, MEIRELES A. Supercritical extraction from solid: process design data (2001-2003)[J]. Curr Opin Solid State Mater Sci, 2003, 7(4/5): 321-330.
- [8] 卢明春,包永明,宋建国,等.超临界CO₂萃取沙棘油工艺条件的优化[J].大连轻工业学院学报,1999,18(1):48-54.
- [9] 隋晓,韩玉谦.紫苏籽油超临界萃取最佳工艺条件的研究[J].青岛大学学报,1999,12(3):79-81.
- [10] ZHANG Q A, FAN X H, ZHANG E Q, et al. Optimization of SC-CO₂ extraction of oil from almond pretreated with autoclaving[J]. LWT-Food Science and Technology, 2009, 42(9): 1530-1537.
- [11] 杜彦山,牟德华,李艳,等.超临界CO₂萃取葡萄籽油的工艺研究[J].粮油加工与食品机械,2005(7):45-47.
- [12] 周继亮,钟宏.超临界流体CO₂萃取南瓜籽油的初步研究[J].安徽化工,2002(4):21-23.
- [13] 王新刚,胡小军,李安生.超临界二氧化碳萃取猕桃籽油的研究[J].食品与机械,2003(4):11-12.
- [14] 张志强,冯双青,王宁峰,等.胡麻籽油超临界CO₂萃取条件的优化[J].青海大学学报:自然科学版,2008,26(3):55-57.
- [15] 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,2007,28(5):138-142.
- [16] NIK NORULAINI N A, SETIANTO W B, ZAIDUL I S M, et al. Effects of supercritical carbon dioxide extraction parameters on virgin coconut oil yield and medium-chain triglyceride content[J]. Food Chemistry, 2009, 116(1): 193-197.
- [17] FOLLEGATTI - ROMERO A L, PIANTINO A C R, GRIMALDIB R, et al. Supercritical CO₂ extraction of omega-3 rich oil from Sacha inchi (*Phukenetia volubilis* L.) seeds[J]. J Supercrit Fluids, 2009, 49(3): 323-329.
- [18] 孙冀平,计咏燕,裘爱泳.超临界CO₂萃取茶籽油初步研究[J].粮食与油脂,2002(5):2-4.
- [19] LIU G M, XU X, HAO Q F, et al. Supercritical CO₂ extraction optimization of pomegranate (*Punica granatum* L.) seed oil using response surface methodology[J]. LWT-Food Science and Technology 2009, 42(9): 1491-1495.
- [20] OLIVEIRA R, RODRIGUES M F, BERNARDO - GIL M G. Characterization and supercritical carbon dioxide extraction of walnut oil[J]. J Am Oil Chem Soc, 2002, 79(3): 225-230.
- [21] LIU Wei, FU Yujie, ZU Gangyuan, et al. Supercritical carbon dioxide extraction of seed oil from *Opuntia dillenii* Haw. and its antioxidant activity[J]. Food Chemistry, 2009, 114(1): 334-339.
- [22] 尹卓荣.超临界CO₂萃取玉米胚芽油[J].中国油脂,1996,21(5):34-35.