连续相变萃取南瓜籽油的工艺优化及其成分分析

黄梦丽, 彭成海, 蔡舒, 欧成成, 江运秋, 周爱梅

Extract Process Optimization and Component Analysis of Pumpkin Seed Oil by Continuous Phase Transition Extraction

HUANG Mengli, PENG Chenghai, CAI Shu, OU Chengcheng, JIANG Yunqiu, and ZHOU Aimei

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023080184>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

连续相变萃取灵芝多糖动力学球状模型的建立及其结构特征

Dynamic Analysis Spherical Model of the Continuous Phase Transition Extraction and Structural Characteristics for Polysaccharide from *Ganoderma lucidum*

食品工业科技. 2020, 41(17): 114-120 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020.17.019>

低温连续相变萃取对蓝圆鱼蛋白结构的影响及其抗氧化肽制备工艺优化

Effect of Low-temperature Continuous Phase Transition on the Structure of *Decapterus maruadsi* Protein and Its Optimization of Preparation Process on Antioxidant Peptides

食品工业科技. 2019, 40(12): 199-205 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.12.032>

不同提取方法对井冈蜜柚皮精油组成与性质的影响

Effects of Different Extraction Methods on the Composition and Properties of Jinggang Pomelo Peel Essential Oil

食品工业科技. 2024, 45(3): 83-97 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023030289>

响应面优化芥末籽油的水酶法提取工艺及其脂肪酸分析

Optimization of Aqueous-enzymatic Extraction Process by Response Surface and Analysis of Fatty Acid of Mustard Seed Oil

食品工业科技. 2019, 40(21): 143-148 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.21.023>

水酶法联产核桃油和核桃多肽工艺优化及油脂脂肪酸分析

Optimization of Synchronous Extraction Process of Oil and Polypeptide from Walnut by Aqueous Enzymatic Method and the Fatty Acid Composition Analysis of Its Oil

食品工业科技. 2022, 43(18): 217-224 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021120102>

不同提取工艺对鸡油理化性质与挥发性风味物质的影响

Effects of Different Extraction Processes on the Physicochemical Properties and Volatile Flavor Compounds of Chicken Oil

食品工业科技. 2024, 45(12): 92-100 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023080085>

关注微信公众号, 获得更多资讯信息

黄梦丽, 彭成海, 蔡舒, 等. 连续相变萃取南瓜籽油的工艺优化及其成分分析 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(17): 163-173. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023080184

HUANG Mengli, PENG Chenghai, CAI Shu, et al. Extract Process Optimization and Component Analysis of Pumpkin Seed Oil by Continuous Phase Transition Extraction[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(17): 163-173. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023080184

· 工艺技术 ·

连续相变萃取南瓜籽油的工艺优化 及其成分分析

黄梦丽¹, 彭成海¹, 蔡舒¹, 欧成成², 江运秋², 周爱梅^{1,*}

(1. 华南农业大学食品学院, 广东广州 510642;

2. 纽斯葆广赛生物科技股份有限公司, 广东广州 510931)

摘要: 为了高效萃取南瓜籽油, 充分发挥其应用价值, 本研究采用连续相变萃取技术 (continuous phase transition extraction, CPE) 提取南瓜籽油, 以提取率及活性成分含量为指标, 研究萃取温度、萃取时间、萃取压力、解析温度对南瓜籽油提取效果的影响, 通过响应面设计确定最佳提取工艺参数, 并与超临界流体萃取技术 (supercritical fluid extraction, SFE) 和螺旋压榨法 (screw pressing, SP) 对比, 对南瓜籽油的提取率、活性成分含量、理化性质和脂肪酸组成进行比较分析。结果表明, CPE 萃取南瓜籽油的最佳工艺参数为: 萃取温度 46 °C、萃取时间 72 min、萃取压力 0.51 MPa、解析温度 65 °C。此工艺参数下南瓜籽油的提取率高达 96.75%, 比 SFE 和 SP 法分别提高 14.49% 和 35.24%; 而总酚、类胡萝卜素、甾醇、锌含量分别为 1333.80 mg/kg、8.41 mg/kg、2.59 mg/g 和 9.61 mg/100 g, 分别是 SFE 法的 1.56、2.29、1.17、1.40 倍, 分别是 SP 法的 1.54、2.56、1.89、2.46 倍。CPE 所得南瓜籽油为澄清透明、粘稠性的液体, 风味清香, 其酸价、碘值和过氧化值的理化指标均符合 LS/T 3250-2017 标准的要求; 气相色谱-质谱法 (GC-MS) 分析鉴定出 7 种脂肪酸, 其中亚油酸和油酸占总脂肪酸含量的 82.32%, 比 SFE 和 SP 法分别提高 5.66% 和 8.99%。该研究表明连续相变萃取技术在兼顾南瓜籽油提取率及活性成分含量的情况下, 可以有效缓解油脂氧化酸败程度、提高不饱和脂肪酸含量, 为高活性南瓜籽油的工业化连续性生产提供了参考。

关键词: 南瓜籽油, 连续相变萃取技术, 提取率, 活性成分, 理化性质, 脂肪酸组成

中图分类号: TS224.4

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2024)17-0163-11

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023080184

本文网刊:

Extract Process Optimization and Component Analysis of Pumpkin Seed Oil by Continuous Phase Transition Extraction

HUANG Mengli¹, PENG Chenghai¹, CAI Shu¹, OU Chengcheng², JIANG Yunqiu², ZHOU Aimei^{1,*}

(1. College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China;

2. Nuspower Greatsun Biotechnology Co., Ltd., Guangzhou 510931, China)

Abstract: In order to efficiently extract pumpkin seed oil and fully realize its application value, continuous phase transition extraction (CPE) was applied to extract pumpkin seed oil in this study. The effects of extraction temperature, extraction time, extraction pressure and separation temperature on the extraction efficiency of pumpkin seed oil were studied with extraction rate and content of active ingredients as indicators. The optimum extraction process parameters were determined by response surface design. The results were compared with supercritical fluid extraction (SFE) and screw pressing (SP) methods in terms of extraction rate, active ingredient content, physicochemical properties, and fatty acid composition of pumpkin seed oil. The results showed that the optimum extraction process parameters of pumpkin seed oil by CPE were

收稿日期: 2023-08-18

基金项目: 广州市科技计划项目 (202206010129)。

作者简介: 黄梦丽 (1997-), 女, 硕士, 研究方向: 食品工程, E-mail: 2098615509@qq.com。

* 通信作者: 周爱梅 (1971-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 食品化学与营养及水产品与农产品精深加工, E-mail: zhouam@scau.edu.cn。

obtained as follows: Extraction temperature of 46 °C, extraction time of 72 min, extraction pressure of 0.51 MPa and separation temperature of 65 °C. Under these process parameters, the extraction rate of pumpkin seed oil reached 96.75%, which was 14.49% and 35.24% higher than SFE and SP, respectively. The contents of total phenols, carotenoids, sterols and zinc were 1333.80 mg/kg, 8.41 mg/kg, 2.59 mg/g and 9.61 mg/100 g, respectively. These values were 1.56, 2.29, 1.17 and 1.40 times higher than SFE, and 1.54, 2.56, 1.89, and 2.46 times higher than SP, respectively. The pumpkin seed oil obtained by CPE was a clarified transparent and viscous liquid, with a delicate fragrance. Its physicochemical indicators of acid value, iodine value, and peroxide value met the requirements of LS/T 3250-2017 standard. Seven kinds of fatty acids were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). Linoleic acid and oleic acid accounted for 82.32% of the total fatty acid content, which was 5.66% and 8.99% higher than SFE and SP, respectively. This study showed that CPE could effectively alleviate the degree of oxidative rancidity of oil and increase the content of unsaturated fatty acids while taking into account the extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil, which provided a reference for the industrial continuous production of highly active pumpkin seed oil.

Key words: pumpkin seed oil; continuous phase transition extraction; extraction rate; active ingredients; physicochemical properties; fatty acid composition

我国是南瓜生产大国,南瓜籽作为南瓜加工的副产物,目前仍以炒货等初加工产品为主,加工水平落后,产品附加值低。研究发现,南瓜籽中油脂含量约占干物质质量的35%~64%^[1],除了富含不饱和脂肪酸外,还含有甾醇、类胡萝卜素、酚类及矿物质等营养物质^[2-3],具有预防和缓解心血管疾病、恢复运动员糖代谢、防治前列腺增生、降血压、抗炎、抗衰老等多种功能作用^[4-8]。2017年,国家粮食局正式把南瓜籽油列入食用油行列。因此,如何利用南瓜籽开发出高品质的南瓜籽油是重要研究课题。

目前市售南瓜籽油大多是以压榨工艺制备,少数是超临界流体萃取技术,但二者都有一定的局限性而不适合大规模工业化生产^[9-10],如压榨法出油率低、高温加热极易破坏油脂的营养物质^[11-12];超临界流体萃取技术操作复杂、生产成本高等^[13-14]。因此,寻找一种合适的加工工艺以确保能提高南瓜籽油的提取率和品质,同时适用于工业化生产具有重要研究意义。连续相变萃取技术(continuous phase transition extraction, CPE)是在超临界、亚临界萃取技术的基础上自主研发的一种新型食品加工技术,其技术原理是利用萃取剂在不同温度和压力下的两相变化,对物料进行连续的逆流提取^[15]。该技术能够在密闭绝氧且低温低压的条件下对油脂进行连续循环萃取,具有提取率高、操作简单、油脂品质好、可产业化等特点,设备已实现日处理20吨原料的生产能力^[16]。目前已成功用于栀子油^[17]、陈皮油^[18]、沙姜油^[19]、茶籽油^[20]等植物油脂的萃取,并实现了多种功能性油脂的产业化生产,但此技术用于提取南瓜籽油的研究未见报道,针对现有提取工艺的缺陷,该技术提供了一条高效萃取南瓜籽油的新路径。

因此,本研究以新疆南瓜籽为原料,采用CPE提取南瓜籽油,通过单因素及响应面优化试验,探讨CPE萃取南瓜籽油的最佳工艺参数,并与市售南瓜籽油常见的制备方法超临界流体萃取技术(supercritical fluid extraction, SFE)和螺旋压榨法(screw pressing, SP)对比,对南瓜籽油的提取率、活性成分

含量、理化性质和脂肪酸组成进行分析,旨在为高品质南瓜籽油的连续相变萃取工艺的生产应用提供理论依据和技术支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

南瓜籽 品种为裸仁一号,产自新疆乌鲁木齐;正丁烷(99.99%) 广州深岩燃气有限公司;没食子酸、豆甾醇 标准品,上海源叶生物科技有限公司;甲醇、异辛烷 色谱纯,国药集团化学试剂有限公司;其余试剂均为市售分析纯。

连续相变萃取装置 珠海共同机械有限公司;SFE-1L 超临界 CO₂ 萃取装置 广州汉维冷气机电有限公司;RG-108 螺旋榨油机 深圳美香创新电器有限公司;UV-1750 紫外分光光度计 日本岛津制造所;Nov AA350 火焰原子吸收光谱仪 德国耶拿分析仪器股份公司;Agilent 7890A-5975B 单四级杆气相色谱质谱联用仪 Supelco 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 南瓜籽的预处理 将南瓜籽平铺于网状托盘,在50 °C的电热鼓风干燥箱中烘干至水分含量低于5%,粉碎待用。

1.2.2 CPE法提取南瓜籽油工艺优化 准确称取700 g的南瓜籽粉末,置于3 L连续相变萃取装置的萃取釜中密封,在萃取温度35~55 °C、萃取压力0.3~0.7 MPa的条件下,将萃取剂正丁烷压缩为液体,以60 L/h的流速流经萃取釜,萃取南瓜籽油后,进入解析釜中,解析温度为55~75 °C,通过加热减压使萃取剂正丁烷相变为气体从油脂中分离,再通过及时压缩变为液体再流经萃取釜,对物料再次萃取,萃取的物质保存在解析釜中,连续萃取30~90 min后放出收集即得到南瓜籽油产物,随后对CPE法制备的南瓜籽油的提取率、活性成分含量、理化性质和脂肪酸组成进行分析。

1.2.2.1 单因素实验 采用1.2.2中南瓜籽油提取方法进行,萃取温度45 °C、萃取时间60 min、萃取压

力 0.5 MPa、解析温度 65 ℃ 为固定水平,考察不同萃取温度(35、40、45、50、55 ℃)、萃取时间(30、45、60、75、90 min)、萃取压力(0.3、0.4、0.5、0.6、0.7 MPa)、解析温度(55、60、65、70、75 ℃)对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响。

1.2.2.2 响应面优化试验 根据单因素实验结果,选取萃取温度(A)、萃取时间(B)、萃取压力(C)三个因素为自变量,以南瓜籽油提取率(Y)为响应值,设计三因素三水平的 Box-Behnken 响应面分析试验,共 17 个试验点,其中 12 个为分析因子,5 个为中心试验用以估计误差,各因素的编码值与真实值见表 1。

表 1 Box-Behnken 设计试验因素水平
Table 1 Factors and levels of Box-Behnken design test

水平	因素		
	A 萃取温度(℃)	B 萃取时间(min)	C 萃取压力(MPa)
-1	40	45	0.4
0	45	60	0.5
1	50	75	0.6

1.2.3 SFE 法提取南瓜籽油 参照陆国东等^[21]的方法并稍作修改,将南瓜籽粉末 700 g 置于超临界 CO₂ 流体萃取釜中,开启萃取釜、分离釜 I 和分离釜 II 的加热,将萃取釜温度设定在 40 ℃,分离釜 I 和分离釜 II 的分离温度设定在 45 ℃,将萃取压力升到 30 MPa,保压循环萃取 2 h。收集分离釜中所得的油性物质,过滤后即得到南瓜籽油,随后对 SFE 法制备的南瓜籽油的提取率、活性成分含量、理化性质和脂肪酸组成进行分析。

1.2.4 SP 法提取南瓜籽油 采用小型螺旋榨油机进行榨油实验,称取 700 g 南瓜籽粉末置于榨油机的进料口,预热机器后在榨膛温度 200 ℃,螺杆转速 200 r/min 的条件下进行压榨,压榨时间为 30 min。将新榨南瓜籽油冷却至室温后静置过滤,离心后得到南瓜籽油,随后对 SP 法制备的南瓜籽油的提取率、活性成分含量、理化性质和脂肪酸组成进行分析。

1.2.5 南瓜籽油提取率的测定 参照杜宇等^[22]的方法,南瓜籽油提取率按以下公式计算:

$$W(\%) = \frac{m_1}{m \times x} \times 100$$

式中:W,南瓜籽油提取率(%);m₁,提取所得南瓜籽油的质量(g);m,物料投入质量(g);x,南瓜籽的含油率(%)。

1.2.6 南瓜籽油活性成分的分析

1.2.6.1 总酚含量 参考孔凡等^[23]的方法,以没食子酸为对照品,采用福林酚比色法测定南瓜籽油总酚的含量。精确称取 5.00 mg 没食子酸标准品,用甲醇定容于 10 mL 容量瓶中制成标准母液,然后分别配制质量浓度为 20、40、60、80、100 μg/mL 的标准品溶液。分别吸取 0.2 mL 标准品溶液,加入 3 mL 蒸

馏水和 0.25 mL 福林酚溶液,室温下静置 6 min 后,加入 0.75 mL 的 20% 碳酸钠溶液,室温下静置 1 h 后,在 750 nm 处测定吸光度值,绘制标准曲线。

精确称取 1 g 南瓜籽油,加入 5 mL 甲醇,混匀后在转速 6000 r/min,温度 4 ℃,时间 6 min 的条件下重复 3 次提取多酚,将上清液转移至 25 mL 容量瓶中,以甲醇定容至刻度线。取 0.2 mL 上述酚类物质提取液,按照测定标准品溶液吸光度的方法测定该提取液的吸光度值,根据标准曲线方程($y=0.0051x+0.0002$, $R^2=0.9993$)计算出南瓜籽油的总酚含量。

1.2.6.2 类胡萝卜素含量 参考曹秀君等^[24]的方法,精确称取 0.1 g 南瓜籽油,用石油醚定容于 10 mL 的容量瓶中,在 445 nm 处以石油醚作为空白测定其吸光度值,总类胡萝卜素的含量按以下公式计算:

$$X = \frac{1000EV}{A \times W}$$

式中:X,总类胡萝卜素含量(mg/kg);E,测得的吸光度值;V,样品最后定容的体积(mL);W,所称样品重量(g);A,类胡萝卜素的平均消光系数,为 2500。

1.2.6.3 甾醇含量 参考王芳等^[25]的方法,以豆甾醇为对照品,测定南瓜籽油总甾醇的含量。精确称取 0.022 g 豆甾醇标准品,用甲醇定容于 50 mL 容量瓶中制成标准母液,分别吸取豆甾醇标准母液 1.0、2.0、4.0、6.0、10.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,以甲醇定容,作为标准品溶液。分别吸取 2 mL 标准品溶液置于 10 mL 容量瓶中,用碘基醋酸汞试剂定容,在 410 nm 处以甲醇作为空白测定吸光度值,绘制标准曲线。

精确称取 0.1 g 南瓜籽油,用甲醇定容于 10 mL 容量瓶中,作为供试品溶液。吸取 2 mL 供试品溶液置于 10 mL 容量瓶中,用碘基醋酸汞试剂定容,在 410 nm 处以甲醇作为空白测定吸光度值,根据标准曲线方程($y=19.015x-0.0229$, $R^2=0.9992$)计算出南瓜籽油的总甾醇含量。

1.2.6.4 锌含量 参照 GB 5009.14-2017《食品中锌的测定》中火焰原子吸收光谱法测定南瓜籽油样品的锌含量。

1.2.7 南瓜籽油理化性质的测定 酸价参照 GB 5009.229-2016《食品中酸价的测定》执行,碘值参照 GB/T 5532-2008《动植物油脂碘值的测定》执行,过氧化值参照 GB 5009.227-2016《食品中过氧化值的测定》执行,并且和 LS/T 3250-2017《南瓜籽油》进行比较,判断南瓜籽油的可食用性和安全性。

1.2.8 南瓜籽油脂肪酸组成及相对含量的分析 采用气相色谱-质谱联用法分析南瓜籽油的脂肪酸组成。

试样前处理:参照 GB 5009.168-2016《食品中脂肪酸的测定》中酯交换法进行南瓜籽油脂肪酸甲酯化处理。

色谱条件:采用 DB-5 毛细管柱(30 m×0.25 mm×

0.25 μm 膜厚),以氦气为载气,流速 1 mL/min,进样量 1 μL ,在不分流的模式下进行分析;进样口和检测器温度分别为 250 $^{\circ}\text{C}$ 和 280 $^{\circ}\text{C}$,程序升温条件为初始柱温箱 40 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min,以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 180 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min;以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 250 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min。

质谱条件:电子轰击(EI)源,电子能量 70 eV,离子源温度为 230 $^{\circ}\text{C}$,四极杆温度为 150 $^{\circ}\text{C}$,溶剂延迟 15.5 min,扫描质量范围(m/z)为 30~500。脂肪酸的定性分析根据 NIST-2020 质谱数据库检索进行,定量分析采用峰面积归一法,脂肪酸含量用单个脂肪酸占总脂肪酸的相对比例(%)表示。

1.3 数据处理

实验结果用 3 次重复的平均值 $\pm$ 标准差表示。采用 SPSS Statistics24.0 软件对数据结果进行显著性分析,采用 Origin2022 软件绘图,采用 Design-Expert.V11 软件进行响应面设计分析。

2 结果与分析

2.1 CPE 法提取南瓜籽油工艺优化

2.1.1 单因素实验

2.1.1.1 萃取温度对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响 由图 1 可以看出,在 35~45 $^{\circ}\text{C}$ 的升温过程中,南瓜籽油的提取率显著增加($P<0.05$),并在 45 $^{\circ}\text{C}$ 时达到最高(95.32%);此后随萃取温度的升高而显著下降($P<0.05$)。总酚含量在 35 $^{\circ}\text{C}$ 时低至 1144.17 mg/kg,而当温度升高至 40 $^{\circ}\text{C}$,含量提高至 1285.10 mg/kg;温度继续升高至 50 $^{\circ}\text{C}$ 时,总酚含量则呈现缓慢上升的趋势,且当温度超过 50 $^{\circ}\text{C}$ 时,总酚含量显著下降($P<0.05$)。类胡萝卜素和甾醇含量随温度的变化也呈现升-降的趋势,并均在 45 $^{\circ}\text{C}$ 达到最大值,含量依次为 8.41 mg/kg 和 2.46 mg/g。萃取温度的高低会影响流体的密度和油脂的蒸汽压。在较低温度时,上升温度能促进油脂溶解,加快活性成分的布朗运动,降低萃取剂正丁烷的表面张力和黏度,促进植物基质和细胞结构的降解,提高细胞渗透性,从而增加油脂和活性成分的溶解和析出^[26-27]。但温度上升到一定程度后,继续升高温度会造成正丁烷容易汽化,流体密度降低,减小与物料的接触面积,进而影响流体对油脂和活性成分的溶解能力,导致提取率下降,该结果与周国海等^[18] 升高萃取温度导致陈皮挥发油萃取率下降结论一致;此外,由于热敏性活性成分化学性质不稳定,高温促使其分解或发生异构化反应从而导致含量降低,进而影响油脂的品质^[28]。综合考虑,选取 45 $^{\circ}\text{C}$ 为南瓜籽油的最佳萃取温度。

2.1.1.2 萃取时间对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响 由图 2 可以看出,在萃取时间 30~60 min 的增加过程中,南瓜籽油的提取率迅速升高到 95.38%,继续延长萃取时间提取率变化缓慢,且无显著性差异($P>0.05$)。随着萃取时间的增加,总酚含量呈现先升

图 1 萃取温度对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响
Fig.1 Effect of extraction temperature on extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil

注:字母不同表示具有显著性差异($P<0.05$);图 2~图 4 同。

高后下降的趋势,60 min 时较高为 1334.18 mg/kg。类胡萝卜素含量从 30 min 到 45 min 的过程中先是缓慢上升,60 min 时迅速升高至最大值,之后快速降低。30~60 min 过程中甾醇含量变化幅度较大,60 min 达到较高的 2.58 mg/g,60 min 后达到平衡,含量基本无显著变化($P>0.05$)。油脂在萃取剂中溶解且平衡需要一定的时间,若提取时间短,南瓜籽油溶解不充分,但溶解度饱和时有效成分不再被溶出,萃取达

图 2 萃取时间对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响
Fig.2 Effect of extraction time on extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil

到平衡后油脂提取率变化的幅度将会减小^[29]。且南瓜籽细胞壁中纤维过多的溶胀, 会阻碍活性成分从细胞基质向溶剂的渗透^[30]。同时油脂氧化程度增加, 导致多酚类物质及类胡萝卜素降解, 该结果与孔凡等^[23]对延长处理时间导致南瓜籽油总酚损耗的研究结果一致, 而甾醇在温度不高时其稳定性较强, 未观察到甾醇含量显著降低($P>0.05$)^[31-32]。考虑到萃取时间过长会增加能耗和生产成本, 因此较优的萃取时间为 60 min。

2.1.1.3 萃取压力对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响 由图 3 可以看出, 在萃取压力 0.3~0.5 MPa 的变化过程中, 南瓜籽油提取率从 76.39% 显著上升, 并在 0.5 MPa 时达到最高值 95.94% ($P<0.05$)。总酚含量在 0.5 MPa 时达到最高的 1333.80 mg/kg, 0.7 MPa 时降低至 1099.82 mg/kg。类胡萝卜素含量随着萃取压力的增大先快速升高, 超过 0.5 MPa 后又逐渐下降。甾醇含量先是缓慢升高后又快速下降,

图 3 萃取压力对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响
Fig.3 Effect of extraction pressure on extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil

0.4 MPa 和 0.5 MPa 无显著性差异($P>0.05$), 0.5 MPa 时含量最高为 2.55 mg/g。在一定的压力范围内, 增大压力有利于提高萃取剂与物料的接触频次, 加快正丁烷在南瓜籽原料中渗透, 进而提高出油率^[33]。但压力过大会导致物料结块变硬, 流体传质阻力增大, 溶剂流体在流动过程中容易阻塞管道, 流体传导不均, 降低正丁烷流速和南瓜籽细胞壁的溶胀, 减小物料与萃取剂之间的接触面积, 破坏溶质与植物基质之间的键合, 从而使化合物不能更好地转移^[34]。黄文城等^[35]研究发现油料的硬度越大, 塑性越低, 会破坏南瓜籽的微观结构, 造成细胞孔隙变小, 从而降低南瓜籽的出油率, 与本研究的结果一致。同时在实际操作过程中压力过大不仅会增加能耗而且仪器稳定性不高, 因此, 综合考虑生产安全和成本, 萃取压力优选 0.5 MPa。

2.1.1.4 解析温度对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响 由图 4 可以看出, 随着解析温度的升高, 南瓜籽油提取率显著升高($P<0.05$), 65 °C 后逐渐下降, 最高为 95.78%。总酚含量随着解析温度的升高呈现先上升后下降的趋势, 75 °C 时含量最低为 1058.10 mg/kg。类胡萝卜素含量 55、60、75 °C 时无显著性差异($P>0.05$), 65 °C 时含量最高, 为

图 4 解析温度对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响
Fig.4 Effect of separation temperature on extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil

8.41 mg/kg。在 55~70 °C 的过程中, 甾醇含量变化趋势缓慢, 超过 65 °C 后显著下降($P<0.05$), 65 °C 时含量最高为 2.43 mg/g。解析温度影响油脂和萃取剂分离的速度, 在解析釜中压力降低, 正丁烷相变为气体, 使处于过饱和状态的油脂分离出来, 因为正丁烷极易挥发(沸点-0.5 °C), 所以解析温度无需过高^[36]。解析温度如过高会造成南瓜籽油中的热敏性活性物质挥发及分解破坏, 同时溶解出更多的杂质, 影响产品纯度^[37]。唐薇等^[38]研究发现温度过高时, 萃取剂的挥发加快, 致使油脂浸出过程难以稳定, 造成得油率降低。王璐等^[39]研究发现类胡萝卜素含量随南瓜籽热处理温度的升高而降低, 与本研究的结果一致。因此, 在保证南瓜籽油萃取效率及品质的情况下优选解析温度为 65 °C。

2.1.2 响应面试验结果分析

2.1.2.1 回归模型的建立及方差分析 在单因素实验的基础上, 以南瓜籽油提取率(Y)为响应值, 将萃取温度、萃取时间和萃取压力三个因素进行 Box-Behnken 设计响应面优化, 其结果见表 2。

对表 2 中 17 个试验点的响应值进行多元回归拟合, 得到南瓜籽油提取率与萃取温度(A)、萃取时间(B)和萃取压力(C)各因素的二次多项回归方程模型 Y 为: $Y=95.74+1.99A+3.02B+1.04C-1.05AB+0.3025AC-0.2075BC-13.61A^2-1.78B^2-10.84C^2$, 对模型进行方差分析及回归系数显著性检验, 结果见表 3。

由表 3 可知, 在南瓜籽油提取率模型中, A、B、 A^2 、 B^2 、 C^2 是极显著性因子项($P<0.01$), C、AB 为显著性因子项($P<0.05$), 而交互项 AC、BC 均无显著性差异($P>0.05$), 说明萃取温度和萃取压力、萃取时间和萃取压力两两之间交互作用不显著。各因素对南瓜籽油提取率的影响大小依次为: 萃取时间>萃取温度>萃取压力。通过分析数据后剔除不显著项, 得到简化的南瓜籽油提取率(Y)对萃取温度(A)、萃取时间(B)、萃取压力(C)的二次多项式回归方程为: $Y=95.74+1.99A+3.02B+1.04C-1.05AB-13.61A^2-1.78B^2-10.84C^2$ 。

表 2 Box-Behnken 试验设计及结果

Table 2 Box-Behnken experimental design and results

试验号	A 萃取温度(°C)	B 萃取时间(min)	C 萃取压力(MPa)	提取率(%)
1	40	75	0.5	82.54±0.86
2	50	60	0.6	74.13±0.36
3	45	45	0.6	81.96±0.55
4	50	45	0.5	80.26±0.95
5	50	75	0.5	84.56±0.83
6	45	75	0.6	87.22±0.58
7	45	60	0.5	95.62±0.80
8	45	75	0.4	84.70±0.36
9	40	60	0.4	69.06±0.86
10	40	45	0.5	74.03±0.79
11	45	60	0.5	97.36±0.36
12	45	60	0.5	95.11±0.85
13	45	45	0.4	78.61±0.38
14	45	60	0.5	95.69±0.65
15	40	60	0.6	69.70±0.75
16	45	60	0.5	94.91±0.86
17	50	60	0.4	72.28±0.88

表 3 回归模型的方差分析

Table 3 Variance analysis of regression model

来源	离差平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	1503.35	9	167.04	213.89	<0.0001	**
A萃取温度	31.60	1	31.60	40.47	0.0004	**
B萃取时间	72.96	1	72.96	93.43	<0.0001	**
C萃取压力	8.74	1	8.74	11.19	0.0123	*
AB	4.43	1	4.43	5.67	0.0487	*
AC	0.3660	1	0.3660	0.4687	0.5156	
BC	0.1722	1	0.1722	0.2205	0.6529	
A ²	779.95	1	779.95	998.74	<0.0001	**
B ²	13.34	1	13.34	17.09	0.0044	**
C ²	494.33	1	494.33	632.99	<0.0001	**
残差	5.47	7	0.7809			
失拟项	1.74	3	0.5798	0.6223	0.6369	
纯误差	3.73	4	0.9318			
总和	1508.81	16				
R ²	0.9964		R ² _{adj} 0.9917	变异系数CV 1.06%		

注: *表明模型或考察的因素差异显著, $P < 0.05$; **表明模型或考察的因素差异极其显著, $P < 0.01$ 。

由表 3 可以看出, 南瓜籽油提取率整体模型的 F 为 213.89 ($P < 0.01$), 表明该模型因子具有极显著性意义。该模型的失拟项 F 为 0.6223 ($P > 0.05$), 无显著性差异, 说明所得方程与实际拟合中非正常所占比例小, 这种试验方法是可靠的, 模型能够很好地推测试验结果。南瓜籽油提取率模型拟合度为 0.9964, 说明该模型拟合情况良好, 试验误差较小; 校正拟合度为 0.9917, 说明模型可以解释 99.17% 响应值的变化; Adeq precision 为 40.0953, 说明模型有着较好的信噪比, 模型方程能够较好地反映真实的试验值, 因此, 可以用该回归方程模型来解释设计方案^[40]。

2.1.2.2 响应面交互作用分析 为了更直观地反映各因素之间的相互作用, 以南瓜籽油的提取率为响应值, 分别使模型中的萃取温度(A)、萃取时间(B)、萃取压力(C)中的一个因素固定在中间水平, 以此得到

另外两个因素的交互作用模型, 根据该模型绘制三维曲面图, 结果如图 5 所示。

图 5 各因素交互作用响应面
Fig.5 Interaction response surface of each factor

在 Box-Behnken 响应面图中曲线越陡峭, 说明有显著影响, 反之曲线越平滑则各因素之间不显著。图 5 为不同因素的交互作用对连续相变萃取南瓜籽油提取率的影响, 其中提取率随着萃取温度和萃取压力增加均呈现先上升后下降的趋势, 呈现显著的二次抛物关系。等高线图可以直观地反映出两个变量之间交互作用的显著程度, 椭圆形代表交互作用强, 等高线越密, 则变量对南瓜籽油提取率的影响越大, 从等高线可以看出萃取温度和萃取时间交互作用对提

取率影响显著,且萃取时间对提取率的影响大于萃取温度,而萃取温度与萃取压力之间的相互作用相对较弱,表明其交互作用对南瓜籽油提取率的影响较小。

2.1.2.3 最佳工艺条件的预测及实验验证 通过 Design-Expert.V11 软件求解方程,系统预测得出南瓜籽油提取率的最佳工艺条件为:萃取温度 45.535 °C,萃取时间 72.148 min,萃取压力 0.512 MPa,在此条件下,模型预测得到南瓜籽油提取率为 96.933%。

为了检验响应面优化试验所得结果的可靠性,对连续相变提取南瓜籽油的工艺优化条件进行验证。考虑到实际操作因素,将上述优化条件调整为萃取温度 46 °C,萃取时间 72 min,萃取压力 0.51 MPa,在此条件下进行了 3 次验证实验,得到南瓜籽油提取率为 96.75%±0.09%。南瓜籽油提取率实际值与预测理论值未发现显著性差异,证明优化的南瓜籽油提取工艺准确可靠,在实践中是切实可行的,对实际生产具有指导性意义。

2.2 不同提取方法制备的南瓜籽油品质的对比

2.2.1 南瓜籽油提取率及活性成分含量的比较 采用连续相变萃取技术(CPE)、超临界流体萃取技术(SFE)、螺旋压榨法(SP)制备南瓜籽油,测定不同提取方法对南瓜籽油提取率和总酚、类胡萝卜素、甾醇、锌含量的影响,结果见表 4。

表 4 不同提取方法对南瓜籽油提取率及活性成分含量的影响

Table 4 Effects of different extraction methods on extraction rate and active ingredient content of pumpkin seed oil

项目	CPE	SFE	SP
提取率(%)	96.75±0.09 ^a	82.26±0.67 ^b	61.51±0.56 ^c
总酚含量(mg/kg)	1333.80±13.06 ^a	853.59±7.48 ^b	865.70±10.27 ^b
类胡萝卜素含量(mg/kg)	8.41±0.17 ^a	3.68±0.30 ^b	3.28±0.22 ^b
甾醇含量(mg/g)	2.59±0.04 ^a	2.22±0.04 ^b	1.37±0.15 ^c
锌含量(mg/100 g)	9.61±0.07 ^a	6.87±0.16 ^b	3.91±0.07 ^c

注:同行字母不同表示有显著性差异($P<0.05$),表5~表6同。

由表 4 可知,对比三种提取方法,CPE 制备南瓜籽油的提取率及活性物质含量显著高于 SFE 和 SP ($P<0.05$)。其中,CPE 制备南瓜籽油的提取率较高,为 96.75%,分别比 SFE 和 SP 高 14.49%、35.24%,优势明显。SFE 和 SP 制备的南瓜籽油总酚和类胡萝卜素含量无显著性差异($P>0.05$),而 CPE 制备的南瓜籽油总酚含量高达 1333.80 mg/kg,类胡萝卜素含量为 8.41 mg/kg,显著高于二者($P<0.05$)。CPE 制备的南瓜籽油甾醇含量为 2.59 mg/g,锌含量为 9.61 mg/100 g;其次为 SFE,甾醇含量为 2.22 mg/g,锌含量为 6.87 mg/100 g;而 SP 相比较二者含量最低,仅为 1.37 mg/g、3.91 mg/100 g。SFE 是利用二氧化碳流体的选择性萃取油脂,但对于一些分子量、强极性的离子型化合物的萃取效率较低;SP 整个萃取过程暴露在空气中,同时较高的温度极易造成热敏性物质的分解破坏^[41-42]。相较于 SFE 和 SP,CPE 可以实现

重复多次对南瓜籽油进行连续循环萃取,使得植物基质和细胞结构更容易降解,而且压力较低,保证物料与溶剂充分接触,因此能有效提高油脂和活性成分的溶出效果;同时温度低、密闭绝氧的条件有效降低了油脂和活性成分的挥发与氧化分解,提高油脂品质。

2.2.2 南瓜籽油理化性质的比较 采用连续相变萃取技术(CPE)、超临界流体萃取技术(SFE)、螺旋压榨法(SP)制备南瓜籽油,测定不同提取方法对南瓜籽油理化性质的影响,结果见表 5。

表 5 不同提取方法对南瓜籽油理化性质的影响
Table 5 Effects of different extraction methods on physicochemical properties of pumpkin seed oil

项目	CPE	SFE	SP
酸价(mg/g)	0.17±0.03 ^c	0.27±0.02 ^b	0.56±0.02 ^a
碘值(g/100 g)	117.42±0.87 ^a	108.47±0.74 ^b	104.63±0.70 ^c
过氧化值(g/100 g)	0.015±0.001 ^c	0.019±0.002 ^b	0.022±0.002 ^a

由表 5 可知,南瓜籽油酸价为 0.17~0.56 mg/g,碘值为 104.63 g/100 g~117.42 g/100 g,过氧化值为 0.015~0.022 g/100 g,样品均符合 LS/T 3250-2017《南瓜籽油》中的规定,表明这三种提取方法获得的南瓜籽油都符合食品安全国家标准。

其中酸价反映油脂的酸败程度,酸价越高表示油脂酸败越严重^[43]。CPE 提取的南瓜籽油酸价仅为 0.17 mg/g,显著低于 SFE 和 SP 制备的南瓜籽油($P<0.05$)。原因可能是 SFE 南瓜籽油中含有较多的水分导致其酸价偏高,SP 油料在高温处理会导致油脂中游离脂肪酸增加,从而造成酸价偏高^[44]。

碘值表示了油脂的不饱和程度,亚油酸、油酸等不饱和脂肪酸含量的高低决定着油脂碘值的高低^[45]。CPE 提取的南瓜籽油碘值比 SFE 南瓜籽油和 SP 南瓜籽油稍高,这说明 CPE 南瓜籽油的不饱和程度大,碘值范围在 100 g/100 g~130 g/100 g 之间说明南瓜籽油具有良好的油质,为半干性油^[46]。

过氧化值是衡量油脂氧化酸败程度的重要指标^[47],SP 南瓜籽油过氧化值最高,SFE 南瓜籽油次之,CPE 南瓜籽油的过氧化值最低,三者差异显著($P<0.05$)。SP 南瓜籽油过氧化值偏高可能是因为高温处理会加速油脂氧化,而 SFE 能萃取更多的极性物质,尤其是水,导致过氧化值偏高^[48]。而 CPE 在密闭绝氧、低温低压的状态下,有效缓解了油脂氧化酸败程度,有利于易氧化油脂的工业化连续性生产。

2.2.3 南瓜籽油脂肪酸组成的比较 采用连续相变萃取技术(CPE)、超临界流体萃取技术(SFE)、螺旋压榨法(SP)制备南瓜籽油,测定不同提取方法对南瓜籽油脂肪酸组成及相对含量(%)的影响,结果见表 6。

脂肪酸是评价油脂营养价值的重要依据。由表 6 可知,不同提取方法制备的南瓜籽油分别检测到 7 种脂肪酸,以棕榈酸、亚油酸、油酸、硬脂酸为主,

表 6 不同提取方法对南瓜籽油脂肪酸组成及相对含量的影响(%)

Table 6 Effects of different extraction methods on fatty acid composition and relative content of pumpkin seed oil (%)

提取方法	CPE	SFE	SP
肉豆蔻酸	0.09±0.01 ^c	0.12±0.01 ^b	0.15±0.01 ^a
棕榈酸	12.44±0.12 ^c	15.86±0.11 ^b	17.87±0.06 ^a
亚油酸	48.19±0.11 ^a	44.02±0.27 ^b	44.3±0.29 ^b
油酸	34.13±0.09 ^a	32.65±0.07 ^b	29.03±0.3 ^c
硬脂酸	4.64±0.1 ^c	6.72±0.31 ^b	8±0.21 ^a
花生酸	0.34±0.07 ^a	0.43±0.07 ^a	0.4±0.03 ^a
山嵛酸	0.16±0.02 ^c	0.21±0.02 ^b	0.25±0.01 ^a
不饱和脂肪酸	82.32±0.2 ^a	76.66±0.33 ^b	73.33±0.24 ^c
饱和脂肪酸	17.68±0.2 ^c	23.34±0.33 ^b	26.67±0.24 ^a

其中饱和脂肪酸 5 种, 不饱和脂肪酸 2 种。CPE 南瓜籽油不饱和脂肪酸占总脂肪酸的 82.32%, 其中人体必需脂肪酸亚油酸含量为 48.19%, 油酸含量为 34.13%, 显著高于 SFE 和 SP 南瓜籽油 ($P<0.05$), 而饱和脂肪酸含量显著低于二者 ($P<0.05$), 提示 CPE 南瓜籽油的营养价值更高。

SP 南瓜籽油不饱和脂肪酸含量最低, 这可能与制油过程中热榨工艺温度过高导致部分脂肪酸被破坏有关, 说明热处理对南瓜籽油中甘油三酯稳定性有一定的影响^[49]。郭丽莉等^[50]研究发现随着温度的升高不饱和脂肪酸含量下降、饱和脂肪酸含量升高, 尤其在 150 °C 后油脂品质迅速下降。Mukhametov 等^[51]在热处理对植物油脂肪酸组成的研究中也得到了相似结论。SFE 南瓜籽油制备时压力较高且提取时间较长, 这可能造成游离脂肪酸中部分多不饱和脂肪酸发生氧化分解, 从而导致其含量降低。且段一凡等^[52]研究发现压力并非越高越好, 高萃取压力会导致产物中杂质增加, 反而使不饱和脂肪酸含量有所降低。而 CPE 操作温度和压力较低且萃取时间较短, 可有效防止多不饱和脂肪酸受热氧化分解, 对热敏性脂肪酸的分离具有天然的优势; 同时由于整个提取过程保持在真空状态, 不需要转移物料, 因此杜绝了油脂与空气直接接触发生氧化反应造成的脂肪酸挥发发现象。杜洁等^[53]在连续相变萃取石榴籽油的研究中发现该技术能有效保护不饱和脂肪酸, 其中亚油酸含量可高达 68.09%。

3 结论

与超临界流体萃取技术和螺旋压榨法对比, 本研究首次采用连续相变萃取技术制备南瓜籽油, 并通过单因素实验和响应面优化分析, 得出最佳工艺条件为萃取温度 46 °C、萃取时间 72 min、萃取压力 0.51 MPa、解析温度 65 °C, 在此条件下南瓜籽油提取率为 96.75%, 南瓜籽油中总酚含量为 1333.80 mg/kg、类胡萝卜素含量为 8.41 mg/kg、甾醇含量为 2.59 mg/g、锌含量为 9.61 mg/100 g。所得南瓜籽油为澄清透明、粘稠性的液体, 风味较清香, 感官质量较好, 其理化指标符合 LS/T 3250-2017 标准的要

求。气相色谱-质谱法(GC-MS)分析鉴定出 7 种主要脂肪酸, 其中不饱和脂肪酸相对含量为 82.32%, 显著高于超临界流体萃取技术和螺旋压榨法制备的南瓜籽油 ($P<0.05$)。实验结果表明, 该萃取技术在南瓜籽油制备中具有较好的可行性和适用性, 对于保护南瓜籽油中有益生物活性物质具有一定的优势, 有利于生产高品质南瓜籽油, 提高南瓜副产物的高价值化利用。

© The Author(s) 2024. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

- [1] 魏冰. 南瓜籽油的开发和利用研究[J]. 粮油加工, 2008(5): 60-62. [WEI Bing. Study on the development and utilization of pumpkin seed oil[J]. Cereals and Oils Processing, 2008(5): 60-62.]
- [2] HAGOS M, YAYA E E, CHANDRAVANSI B S, et al. Determination of fatty acids composition by GC-MS and physicochemical parameters of pumpkin (*Cucurbita maxima*) seed oil cultivated in Ethiopia[J]. *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia*, 2023, 37(3): 565-577.
- [3] SAMEC D, LOIZZO M R, GORTZI O, et al. The potential of pumpkin seed oil as a functional food-A comprehensive review of chemical composition, health benefits, and safety[J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2022, 21(5): 4422-4446.
- [4] IALASALVAR C, CHANG S K, BOLLING B, et al. Specialty seeds: Nutrients, bioactives, bioavailability, and health benefits: A comprehensive review[J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2021, 20(3): 2382-2427.
- [5] 乔永月. 南瓜籽油对运动员运动耐力及糖代谢能力的影响[J]. 中国油脂, 2020, 45(6): 102-105. [QAO Yongyue. Effects of pumpkin seed oil on exercise endurance and sugar metabolism[J]. *China Oils and Fats*, 2020, 45(6): 102-105.]
- [6] ALHAKAMY N A, FAHMY U A, AHMED O. Attenuation of benign prostatic hyperplasia by optimized tadalafil loaded pumpkin seed oil-based self nanoemulsion: *In vitro* and *in vivo* evaluation[J]. *Pharmaceutics*, 2019, 11(12): 640.
- [7] 李千会, 徐德平. 南瓜籽抗前列腺增生化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2018, 30(6): 978-982. [LI Qianhui, XU De-ping. Chemical constituents of pumpkin seeds against benign prostatic hyperplasia[J]. *Natural Product Research and Development*, 2018, 30(6): 978-982.]
- [8] PROMMABAN A, KUANCHOOM R, SEEPUAN N, et al. Evaluation of fatty acid compositions, antioxidant, and pharmacological activities of pumpkin (*Cucurbita moschata*) seed oil from aqueous enzymatic extraction[J]. *Plants*, 2021, 10(8): 1582.
- [9] 李晓宁, 薛雅琳, 郭咪咪, 等. 南瓜籽制油工艺研究进展[J]. 粮油食品科技, 2018, 26(4): 17-21. [LI Xiaoning, XUE Yalin, GUO Mimi, et al. Research advances on producing technology of pumpkin seed oil[J]. *Science and Technology of Cereals, Oils and Foods*, 2018, 26(4): 17-21.]
- [10] 孔凡. 南瓜籽油制取工艺及氧化稳定性的研究[D]. 武汉: 武汉轻工大学, 2021. [KONG Fan. Study on extraction and oxidation stability of pumpkin seed oil[D]. Wuhan: Wuhan Polytechnic

- University, 2021.]
- [11] BASDOGAN H, AKMAN P K, YILDIRIM R M, et al. The effect of press temperature on the total tocopherols, sterol, fatty acid, phenolic profile, *in-vitro* cytotoxicity assay, and anti-inflammatory activity[J]. Food Science and Technology, 2021, 42: e20621.
- [12] CAN-CAUICH C A, SAURI-DUCH E, CUEVAS-GLORY L F, et al. Physicochemical properties and stability of pumpkin seed oil as affected by different extraction methods and species[J]. *International Food Research Journal*, 2021, 28(1): 148–160.
- [13] 牛广财, 朱丹, 孙清瑞, 等. 南瓜籽油超临界 CO₂ 流体萃取及其脂肪酸成分分析[J]. 中国粮油学报, 2010, 25(4): 31–33, 37. [NIU Guangcai, ZHU Dan, SUN Qingrui, et al. Supercritical fluid CO₂ extraction of pumpkin seed oil and analysis of fatty acid composition[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2010, 25(4): 31–33, 37.]
- [14] MITRA P, RAMASWAMY H, CHANG K. Pumpkin (*Cucurbita maxima*) seed oil extraction using supercritical carbon dioxide and physic chemical properties of the oil[J]. *Journal of Food Engineering*, 2009, 95(1): 208–213.
- [15] 曹庸, 刘汉槎, 戴伟杰, 等. 一种连续相变萃取装置: 中国, 103349849B[P]. 2013-07-22. [CAO Yong, LIU Hancha, DAI Weijie, et al. A continuous phase transition extraction device: China, 103349849B[P]. 2013-07-22.]
- [16] 杨小斌. 蓝圆鲹鱼油的高效萃取及其微胶囊制备与产品稳定性研究[D]. 广州: 华南农业大学, 2017. [YANG Xiaobin. Study on efficient extraction of fish oil from *Decapterus maruadsi* and preparation of microcapsules and the stability of products[D]. Guangzhou: South China Agricultural University, 2017.]
- [17] 杨寒. 栀子油和黄色素的连续相变萃取、精制及动力学研究[D]. 广州: 华南农业大学, 2018. [YANG Han. Study on continuous phase change extraction, purification and kinetics of gardenia oil and yellow pigment[D]. Guangzhou: South China Agricultural University, 2018.]
- [18] 周国海, 苗建银, 刘飞, 等. 陈皮挥发油的低温连续相变萃取及特性分析[J]. 现代食品科技, 2013, 29(12): 2931–2936. [ZHOU Guohai, MIAO Jianyin, LIU Fei, et al. Extraction of volatile oil from tangerine peel by low-temperature continuous phase transition and analysis of its properties[J]. Modern Food Science and Technology, 2013, 29(12): 2931–2936.]
- [19] 冯细妹. 沙姜油低温连续相变萃取、微囊包埋及质量评价研究[D]. 广州: 华南农业大学, 2020. [FENG Ximei. Extraction and microcapsule of *Kaempferia galanga* L. oil by low-temperature continuous transition and study on the quality evaluation[D]. Guangzhou: South China Agricultural University, 2020.]
- [20] 陈遂, 黄景晟, 张帅, 等. 低温连续相变萃取茶油及其贮藏稳定性研究[J]. 食品科技, 2017, 42(6): 188–192. [CHEN Sui, HUANG Jingsheng, ZHANG Shuai, et al. Extraction and storage stability of camellia oil by continuous phase transition process under low temperature[J]. Food Science and Technology, 2017, 42(6): 188–192.]
- [21] 陆国东, 张洪磊, 张立明, 等. 超临界 CO₂ 流体萃取南瓜籽油的工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2007(6): 1794, 1799. [LU Guodong, ZHANG Honglei, ZHANG Liming, et al. Research on the extractive technique of pumpkin seed oil with supercritical fluid extraction[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2007(6): 1794, 1799.]
- [22] 杜宇, 张文斌, 杨瑞金, 等. 乙醇水提法提取葡萄籽油及其品质分析[J]. 中国油脂, 2019, 44(5): 8–12, 42. [DU Yu, ZHANG Wenbin, YANG Ruijin, et al. Extraction of grape seed oil by aqueous ethanol method and its quality[J]. China Oils and Fats, 2019, 44(5): 8–12, 42.]
- [23] 孔凡, 杨晨, 雷芬芬, 等. 微波预处理对压榨南瓜籽油品质的影响[J]. 中国油脂, 2021, 46(11): 6. [KONG Fan, YANG Chen, LEI Fenfen, et al. Effect of microwave pretreatment on quality of pressed pumpkin seed oil[J]. China Oils and Fats, 2021, 46(11): 6.]
- [24] 曹秀君, 李金淑, 曾鸣, 等. 紫外分光光度法测定沙棘油中总类胡萝卜素方法改进[J]. 中央民族大学学报: 自然科学版, 2009, 18(3): 5–8. [CAO Xiujun, LI Jinshu, ZENG Ming, et al. Improvement of determination of total carotenoids in seabuckthorn oil by UV spectrophotometry[J]. Journal of Minzu University of China (Natural Sciences Edition), 2009, 18(3): 5–8.]
- [25] 王芳, 王俊, 傅秀娟. 紫外分光光度法测定龙眼核提取物中总甾醇的含量[J]. 现代医药卫生, 2014, 30(4): 501–502. [WANG Fang, WANG Jun, FU Xiujuan. Determination of total sterol in longan seeds by UV spectrophotometry[J]. Journal of Modern Medicine & Health, 2014, 30(4): 501–502.]
- [26] 王晨雨, 杜蕾, 张光杰, 等. 亚临界丁烷萃取海桐籽油及其性质[J]. 食品工业, 2021, 42(10): 132–136. [WANG Chenyu, DU Lei, ZHANG Guangjie, et al. The extraction of *Pittosporum tobira* seed oil by subcritical butane and its properties[J]. The Food Industry, 2021, 42(10): 132–136.]
- [27] ZIVKOVIC J, SAVIKIN K, JANKOVIC T, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenolic compounds from pomegranate peel using response surface methodology[J]. *Separation and Purification Technology*, 2018, 194: 40–47.
- [28] YANG Jiajia, ZHOU Fei, XIONG Lina, et al. Comparison of phenolic compounds, tocopherols, phytosterols and antioxidant potential in Zhejiang pecan *Carya cathayensis* at different stir-frying steps[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2015, 62(1): 541–548.
- [29] 连四超, 刘玉兰, 陈璐, 等. 油莎豆油亚临界丁烷萃取条件优化及产品质量研究[J]. 中国油脂, 2022, 47(4): 9–14. [LIAN Sichao, LIU Yulan, CHEN Lu, et al. Optimization of subcritical butane extraction of *Cyperus esculentus* oil and product quality[J]. China Oils and Fats, 2022, 47(4): 9–14.]
- [30] KAZEMI M, KARIM R, MIRHOSSEINI H, et al. Optimization of pulsed ultrasound-assisted technique for extraction of phenolics from pomegranate peel of Malas variety: Punicalagin and hydroxybenzoic acids[J]. *Food Chemistry*, 2016, 206: 156–166.
- [31] 张茂栖, 涂倩, 杨育静, 等. 响应面优化石榴皮多酚提取物提取工艺及其活性研究[J]. 甘肃农业大学学报, 2023, 58(3): 228–238. [ZHANG Maoxi, TU Qian, YANG Yujing, et al. Studies on extraction process optimization and activities of polyphenol matter from pomegranate peel by response-surface methodology[J]. Journal of Gansu Agricultural University, 2023, 58(3): 228–238.]
- [32] 焦中高, 吕真真, 刘杰超, 等. 苦杏仁去皮热风干燥适宜温度提高油脂品质[J]. 农业工程学报, 2016, 32(4): 262–268. [JIAO Zhonggao, LÜ Zhenzhen, LIU Jiechao, et al. Suitable hot air drying temperature improving quality of apricot kernel oil[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2016, 32(4): 262–268.]
- [33] 杨慧, 周爱梅, 夏旭, 等. 低温连续相变萃取广佛手精油及其组成分析[J]. 食品工业科技, 2015, 36(16): 289–293. [YANG Hui, ZHOU Aimei, XIA Xu, et al. Study on the extract technology and component analysis of bergamot essential oil by low-temperature continuous phase transition[J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(16): 289–293.]

- [34] CUJIC N, SAVIKIN K, JANKOVIC T, et al. Optimization of polyphenols extraction from dried chokeberry using maceration as traditional technique[J]. *Food Chemistry*, 2016, 194: 135-142.
- [35] 黄文城, PADILLA-ZAKOUR O, 叶大鹏, 等. 热处理方式对裸仁南瓜籽理化性质及出油率的影响[J]. *粮食与油脂*, 2020, 33(4): 67-70. [HUANG Wencheng, PADILLA-ZAKOUR O, YE Dapeng, et al. Effects of thermal treatment methods on the physico-chemical properties and oil yield of hull-less pumpkin seed[J]. *Cereals & Oils*, 2020, 33(4): 67-70.]
- [36] 周海旭, 李忠海, 付湘晋, 等. 亚临界流体萃取樟叶精油及其抑菌活性的研究[J]. *中药材*, 2016, 39(6): 1357-1360. [ZHOU Haixu, LI Zhonghai, FU Xiangjin, et al. Study on subcritical fluid extraction of essential oil from *Cinnamomum camphora* and its antibacterial activity[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2016, 39(6): 1357-1360.]
- [37] 王龙祥, 罗凡, 杜孟浩, 等. 红外热处理对油茶籽油活性成分及综合抗氧化水平的影响[J]. *农业工程学报*, 2023, 39(7): 275-284. [WANG Longxiang, LUO Fan, DU Menghao, et al. Effects of infrared heat treatment on the active ingredients and comprehensive antioxidant level of *Camellia* seed oil[J]. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 2023, 39(7): 275-284.]
- [38] 唐薇, 孙飞龙, 胡阿妮. 南瓜籽油提取工艺的优化[J]. *饲料广角*, 2018(2): 31-33. [TANG Wei, SUN feiLong, HU Ani. Optimization of extraction process of pumpkin seed oil[J]. *Feed China*, 2018(2): 31-33.]
- [39] 王璐, PADILLA-ZAKOUR O, 陈杰博, 等. 南瓜籽热处理工艺对南瓜籽油活性成分的影响[J]. *粮食与油脂*, 2019, 32(10): 56-59. [WANG Lu, PADILLA-ZAKOUR O, CHEN Jiebo, et al. Effects of thermal treatments on the bioactive components of pumpkin seed oil[J]. *Cereals & Oils*, 2019, 32(10): 56-59.]
- [40] BEZERRA M A, SANTELLI R E, OLIVEIRA E P, et al. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry[J]. *Talanta*, 2008, 76: 965-977.
- [41] 于永信, 吴霞, 郝文丽, 等. 超临界二氧化碳萃取常见天然产物活性物质的应用研究[J]. *广东化工*, 2023, 50(11): 29-31, 58. [YU Yongxin, WU Xia, HAO Wenli, et al. Application study on supercritical carbon dioxide extraction of active substances from common natural products[J]. *Guangdong Chemical Industry*, 2023, 50(11): 29-31, 58.]
- [42] 蒋璐, 廖卢艳, 吴卫国. 菜籽油加工技术研究进展[J]. *中国粮油学报*, 2023, 38(3): 179-187. [JIANG Lu, LIAO Luyan, WU Weiguo. Research progress on rapeseed oil processing technology[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2023, 38(3): 179-187.]
- [43] 程岁寒, 朱银宏, 秦玲, 等. 深色含油食品中酸价测定方法的研究[J]. *广州化工*, 2022, 50(5): 107-109. [CHENG Suihan, ZHU Yinhong, QIN Ling, et al. Study on determination method of acid value of dark oily food[J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2022, 50(5): 107-109.]
- [44] 孔杭如, 梅玉, 亓盛敏, 等. 微波处理工艺对米糠酸价的影响[J]. *食品研究与开发*, 2023, 44(19): 147-151. [KONG Hangru, MEI Yu, QI Shengmin, et al. Effect of microwave treatment technology on the acid value of rice bran[J]. *Food Research and Development*, 2023, 44(19): 147-151.]
- [45] 杨丽, 纪东彬, 薛敦辉, 等. 食用油脂碘值快速测定方法探究[J]. *粮油食品科技*, 2014, 22(2): 61-63. [YANG Li, JI Dongbin, XUE Dunhui, et al. A rapid method for the determination of edible oil iodine value[J]. *Science and Technology of Cereals, Oils and Foods*, 2014, 22(2): 61-63.]
- [46] 谭韩英, 高丹, 谢冬娣, 等. 两种提取方式下红瓜子仁油成分分析[J]. *现代食品*, 2023, 29(3): 200-202. [TAN Hanying, GAO Dan, XIE Dongdi, et al. Composition analysis of red melon seed kernel oil under two extraction methods[J]. *Modern Food*, 2023, 29(3): 200-202.]
- [47] 任红英, 杨小红, 何增, 等. 植物油过氧化值检测方法的研究[J]. *粮食与食品工业*, 2022, 29(1): 65-67, 71. [REN Hongying, YANG Xiaohong, HE Zeng, et al. Study on determination method of peroxide value in vegetable oil[J]. *Cereal & Food Industry*, 2022, 29(1): 65-67, 71.]
- [48] RUTTARATTANAMONGKOL K, SIEBENHANDL-EHN S, SCHREINER M, et al. Pilot-scale supercritical carbon dioxide extraction, physico-chemical properties and profile characterization of *Moringa oleifera* seed oil in comparison with conventional extraction methods[J]. *Industrial Crops and Products*, 2014, 58: 68-77.
- [49] 秦玉川, 刘本同, 薛锦松, 等. 冷榨法与热榨法制取山茶油品质差异研究[J]. *中国粮油学报*, 2020, 35(5): 97-104. [QIN Yuchuan, LIU Bentong, XUE Jinsong, et al. Study on quality difference of hot-pressed and cold-pressed *Camellia* oil[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2020, 35(5): 97-104.]
- [50] 郭丽莉, 李昌模, 若文靓, 等. 高温条件下食用油脂脂肪酸的变化[J]. *中国油脂*, 2011, 36(10): 16-19. [GUO Lili, LI Changmo, RUO Wenjing, et al. Fatty acids changes of edible oil in high temperature heating[J]. *China Oils and Fats*, 2011, 36(10): 16-19.]
- [51] MUKHAMETOV A, DAUTKANOVA D, KAZHYMURAT A, et al. The effects of heat treatment on the oxidation resistance and fatty acid composition of the vegetable oil blend[J]. *Journal of Oleo Science*, 2023, 72(6): 597-604.
- [52] 段一凡, 龚志华, 朱海燕, 等. 茶叶籽不饱和脂肪酸加工新技术研究[J]. *中国农学通报*, 2017, 33(15): 139-143. [DUAN Yifan, GONG Zhihua, ZHU Haiyan, et al. Processing technology of *Camellia sinensis* seed unsaturated fatty acids[J]. *Chinese Agricultural Science Bulletin*, 2017, 33(15): 139-143.]
- [53] 杜洁, 曹庸, 戴伟杰, 等. 石榴籽油低温连续相变萃取工艺优化及其脂肪酸分析[J]. *食品与机械*, 2017, 33(2): 148-151. [DU Jie, CAO Yong, DAI Weijie, et al. Extraction of pomegranate seed oil by low-temperature continuous phase transition and the analysis of its fatty acid[J]. *Food & Machinery*, 2017, 33(2): 148-151.]