

农产品亚临界流体萃取装备现状与发展趋势

Development status and trend of subcritical fluid extraction equipment for agricultural products

史嘉辰 吴其飞 孙俊 陈中伟 徐斌

SHI Jia-chen WU Qi-fei SUN Jun CHEN Zhong-wei XU Bin

(江苏大学食品与生物工程学院, 江苏 镇江 212013)

(School of Food and Biological Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

摘要:介绍了亚临界流体萃取的基本概念、类型以及发展历程,从实验室装置和工业化装备 2 个层面综述了亚临界流体萃取装备的发展情况;简述了亚临界流体萃取技术在农产品工业化加工中所具有的独特优势及面临的问题,并展望了亚临界流体萃取装备的发展趋势。

关键词:亚临界流体;萃取;实验室装置;工业化装备

Abstract: As a kind of high-efficiency quality-preserving extraction technology, the subcritical fluid extraction equipment is getting more and more attention in its industrial application. The review summarized the basic concepts, types and development of subcritical fluid extraction technology and equipment. Moreover, the development of subcritical fluid extraction equipment was reviewed from the aspects of laboratorial equipment and industrial equipment. The unique advantages and problems of subcritical fluid extraction technology in the processing of agricultural products were briefly described, and the development trend of subcritical fluid extraction equipment was also forecasted.

Keywords: subcritical fluid; extraction; laboratorial equipment; industrial equipment

亚临界流体萃取技术作为一种新兴的分离技术,经过 30 年的不断发展和完善,已逐步成为农产品生产加工领域的优势技术之一,尤其是在天然产物的规模化萃取中具有广阔的应用前景。基于亚临界流体高效、保质萃取的特点,该技术已被应用于动植物油脂萃取、天然色素萃取、药材功效成分萃取等加工领域,年加工总量达到了 2.0×10^5 t 以上^[1-3]。

基金项目:国家“十三五”重点研发计划(编号:2016YFD0401401-01)

作者简介:史嘉辰,男,江苏大学在读硕士研究生。

通信作者:吴其飞(1972—),男,江苏大学副研究员,硕士。

E-mail:jsdxwqf@163.com

徐斌(1968—),男,江苏大学教授,博士生导师,博士。

E-mail:food_oil@126.com

收稿日期:2018-07-22

然而,随着人们对农产品产量与品质要求的提升,相应的生产加工技术、装备也需要进行优化和升级,以适应更高的生产标准和产品品质要求。现阶段,实验室水平的亚临界流体萃取装备种类多样,为亚临界流体萃取基础理论研究提供了良好的硬性条件,但缺乏对工业化放大设计的指导;而对于已有的工业化亚临界流体萃取生产线,连续化、自动化程度还有待提高。为此,本文将重点介绍亚临界流体萃取装备的研究现状与发展趋势,为亚临界流体萃取技术的进一步推广应用提供参考。

1 亚临界流体萃取简介

1.1 亚临界流体萃取概念

亚临界流体是一个宽泛的概念,是相对于临界状态和超临界状态的一种形态,通常采用临界温度(T_c)与临界压力(P_c)的概念来界定物质的超、亚临界状态。首先,当物质气态状态温度不超过某一特定温度时,进行加压处理可使其液化,而当气体状态温度高于该温度时,无论采用多大压力都不能使其液化,此温度即为该物质的临界温度。在临界温度下,将物质由气体状态转变成液体状态所需的最低压力则称为该物质的临界压力。从纯物质的典型压力-温度图(图 1)中可以看出,当物质的温度和压力均高于其临界值时(区域 I),该物质处于超临界流体状态。而物质的亚临界流体状态则包括 3 种情况:当物质的温度高于沸点(T_b)而低于临界温度,压力高于饱和蒸气压(P_b)而低于临界压力时(区域 II);当物质的温度高于临界温度而压力低于临界压力时(区域 III);当压力高于临界压力而温度低于临界温度时(区域 IV)^[4]。

亚临界流体萃取是以一种或多种处于亚临界状态的物质为溶媒,根据相似相溶原理,从农产(食)品物料中提取目标组分的一种技术。处于区域 II 状态下的亚临界流体,温度和压力均在临界值以下,使得萃取条件相对温和,既最大限度上保护了萃取物中的热敏性成分,又降低了系统工作压

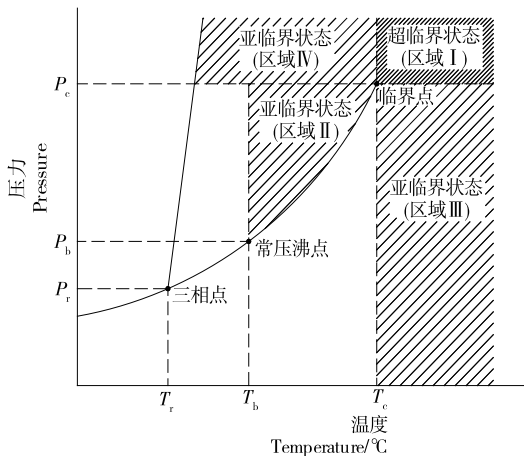


图 1 纯物质的典型压力—温度图

Figure 1 The typical pressure-temperature diagram of pure substance

力,减少了设备制造成本;此外,该区域的亚临界流体温度和压力又在沸点和饱和蒸气压之上,使整个萃取系统处于加压状态,保障了溶剂优异的萃取能力。因此,区域 II 是目前亚临界流体萃取技术研究中最为活跃、最具工业化应用前景的一个物质状态区间。

1.2 亚临界流体萃取发展

1934 年 Rosenthal 等^[5]采用液态丁烷和丙烷混合溶剂萃取棉花籽油,经 3 次萃取后,棉花籽油提取率可达 97% 以上,且油脂色泽清亮,品质明显优于传统溶剂萃取,奠定了亚临界流体萃取技术在油脂行业的应用基础。

1961 年,日本学者开始利用低温低压下的间歇式相转变萃取技术制取大宗食用油脂。Kosaku 等^[6-8]系统研究了大豆油的液化丁烷萃取技术,包括液体丁烷作为萃取溶剂的适应性和萃取条件,并且获得了最优的萃取条件、料胚干燥方法和产品品质。研究表明,在最佳萃取条件下,液态丁烷确实是一种有效的萃取溶剂;丁烷萃取所得大豆油更为清亮,酸价较低且卵磷脂含量少,有利于油脂的精炼和氧化稳定性测试;在大豆胚料厚度 0.4 mm,萃取时间 2 h,萃取温度 40 ℃ 的条件下,胚料残油率仅为 1% 左右;且略微升高温度(50~60 ℃)丁烷溶剂即可完全挥发,避免了大豆蛋白变性。

在中国,祁鲲^[1,9]率先实现了“四号溶剂”(即液化石油气,由丙烷和丁烷组成,以丁烷为主)萃取的工业化应用,并先后开发出高品质低温大豆蛋白、贵重油脂、天然色素等系列产品。1990 年祁鲲^[1]就开始了实验室水平的研究并成功设计了一台小型设备;1993 年他们^[10]又建成投产了世界第一条日处理 50 t 的工业化液化石油气萃取生产线;此后,又陆续建成 50 多条生产线^[1]。从 1995 年起,随着对液化石油气溶剂特性和对油料作物萃取机制研究的深入,进一步揭示了萃取原理和过程,表明该技术不仅萃取品质高,而且具有低温、快速、低能耗的优势。

2009 年,徐斌等^[11]在“四号溶剂”概念的基础上,提出了农产品“亚临界流体萃取”的概念,从而丰富了亚临界流体萃

取的溶剂类型,并使应用领域从油脂制取扩展到天然产物活性组分萃取。如今,亚临界流体萃取的概念已被农产品加工行业广泛认同,并有力促进了该技术在中国的推广与应用。随着亚临界流体溶剂种类的增加,特别是多元混合溶剂的使用以及萃取装备的优化升级,亚临界流体萃取的加工量逐年增加,应用范围逐步扩大,成为农产品深加工领域中一项不可或缺的重要新技术。

1.3 亚临界流体萃取类型

根据萃取介质在常温常压下的状态,亚临界流体萃取可分为加压液体萃取和加压液化气萃取两类^[12-13]。其中加压液体萃取所用的萃取介质在常温下为液态,在高于沸点低于临界点的温度范围内进行加压萃取。常用介质包括:水、乙醇、石油醚、氯仿、乙酸乙酯、丙酮、甲苯、甲醇等,其中关于亚临界水萃取的研究^[14]报道最多。加压液化气萃取所用的萃取介质在常温常压下是气态,在加压状态下转变成亚临界流体而具有萃取能力。常用萃取介质包括:丙烷、丁烷、四氟乙烷(R134a)、二甲醚、二氧化碳等。这些萃取介质在亚临界状态下,分子扩散能力增强,传质速率加快,对萃取对象的渗透性和目标物的溶解能力显著提高,有利于提高目标组分的萃取效率。

根据萃取过程中介质相转变情况,又可将亚临界流体萃取分为无相转变萃取、连续式相转变萃取和间歇式(阶段式)相转变萃取 3 种^[15-17]。无相转变萃取主要发生在加压液体萃取过程中,而连续式相转变萃取和间歇式相转变萃取则常出现在加压液化气萃取过程中。其中,连续式相转变萃取是指萃取介质以液态形式不间断流经置于固定床中的萃取对象进行逆流萃取,所得产物与介质混合液经连续减压气化实现脱溶,气化的萃取介质再次压缩液化后作为新鲜萃取剂循环使用。间歇式相转变萃取是指萃取介质先以液态形式进入萃取釜完成对原料的浸提,然后在系统内相继经过蒸发脱溶、压缩回收、冷凝液化储存到溶剂罐中进行循环使用。与连续式相转变萃取相比,间歇式相转变萃取各阶段是相对独立的,便于操作;浸出的萃取方式降低了单位物料的萃取介质消耗量,有利于产能与效率的提高。

2 亚临界流体萃取实验室装置

实验室装置开发是技术研究的前提,也是工业化放大的生产的基础,因此,研究者们对亚临界流体萃取的实验室装置进行了大量设计研发。这些装置根据亚临界流体萃取的类型同样可分为三类:无相转变萃取装备、连续式相转变萃取装备和间歇式相转变萃取装备。

2.1 无相转变萃取装备

亚临界水萃取装备就是典型的无相转变萃取装备(图 2)。亚临界水又被称为超加热水、高压热水或热液态水,指在一定压力下,将水加热到 100 ℃ 以上 374 ℃ 以下,此温度范围内水保持液体状态,但其极性随温度和压力的变化而变化,从而实现对农产品中不同极性成分的选择性萃取。

2.2 连续式相转变萃取装备

由于亚临界流体萃取技术是在超临界流体萃取技术的

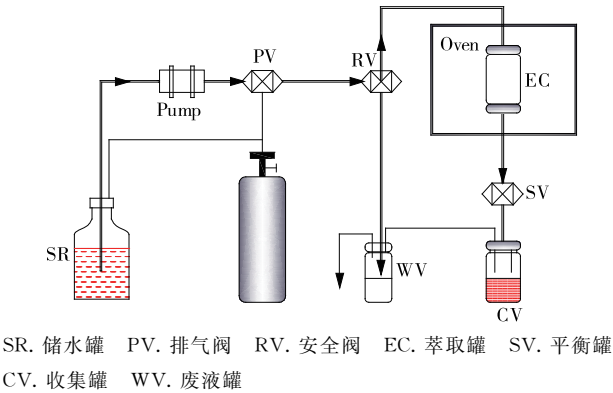


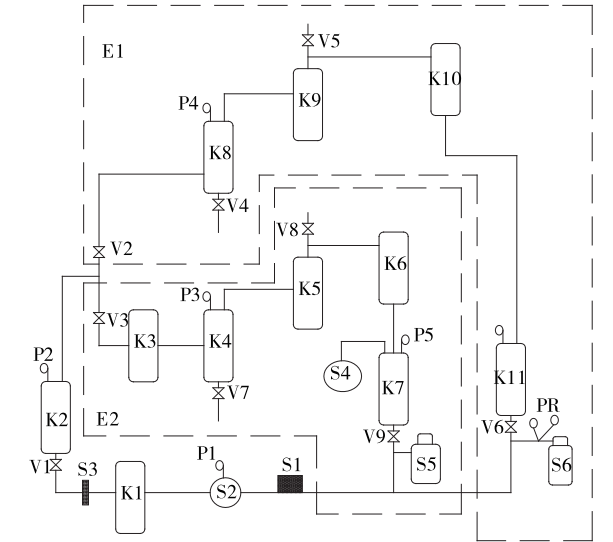
图 2 亚临界水萃取系统示意图

Figure 2 Schematic of the subcritical water extraction equipment

基础上发展而来,因此,国内外许多学者^[18-19]借鉴了超临界流体萃取装备的设计思路来对亚临界流体萃取装备进行优化,将注射泵和压缩机设计为防爆级别,同时降低设备的耐压要求,节省投资成本。例如曹庸等^[20-21]公开了一种多功能连续相转变萃取装置(图 3),包括萃取系统、解析系统和溶剂回收系统,其中萃取系统包括换热器(K1)和萃取罐(K2),解析系统包括换热器(K3)、解析罐(K8,K4)和净化柱(K9,K5),溶剂回收系统包括冷凝器(K10,K6)和溶剂罐(K11,K7)。在整个萃取过程中,萃取介质的相转变是即时连续的,萃取介质可循环使用,以实现最大限度地萃取目标组分。

2.3 间歇式相转变萃取装备

由于连续式相转变萃取装备采用的是固定床,为提高原



K1. 第一换热器 K2. 萃取罐 K3. 第二换热器 K4. 第二解析罐 K5. 第二净化柱 K6. 第二冷凝器 K7. 第二溶剂罐 K8. 第一解析罐 K9. 第一净化柱 K10. 第一冷凝器 K11. 第一溶剂罐 P. 压力表 V. 阀门 S2. 高压计量泵 S4. 真空泵 S5、S6. 压缩机 E1. 回路1 E2. 回路2

图 3 连续式相转变萃取系统示意图

Figure 3 Schematic of the continuous phase transition extraction equipment

料萃取效率,固定床需设计成细长柱形,但这样的设计限制了原料处理量。因此,为进一步研究亚临界流体萃取技术的放大生产,徐斌等^[11,22]公开了一种亚临界流体萃取试验装置与方法(图 4)。该装置由控制系统和浸出系统组成,其中控制系统包括温度控制、时间控制、料液比控制、压力反馈控制、电气控制以及超温、超压、泄露的报警;浸出系统则包括萃取罐、蒸发罐、缓冲罐、溶剂罐、冷凝器和压缩机等。在一定压力条件下,物料在亚临界流体中经过一定时间的浸泡或搅拌提取,固态物料中的目标组分向亚临界流体中扩散、转移;然后将含有目标组分的亚临界流体从萃取罐底部排到气液分离容器中进行减压蒸发,使亚临界流体从混合液中不断气化,并在压缩机的作用下,使萃取介质再由气态压缩成液态,并回到溶剂罐中循环使用。据不完全统计^[23],该装置在中国销售已突破 50 台套,为科研机构开展亚临界萃取基础理论与工艺研究提供了试验平台,极大推动了该技术在中国天然产物提取行业的应用。

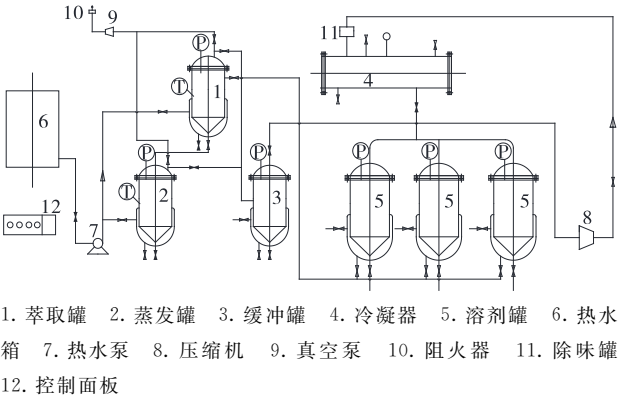


图 4 间歇式相转变萃取系统示意图

Figure 4 Schematic of the intermittent phase transition extraction equipment

3 亚临界流体萃取工业化装备

3.1 生产线发展现状

就亚临界流体萃取技术的工业化而言,最早是由美国学者 Rosenthal^[24]提出并实现的。1993 年中国建成第一条亚临界流体萃取设备生产线并逐步呈现系列化,设备规模覆盖原料处理量 1~100 t/d。此外,位于河南安阳 60 t/年处理量的示范性工厂已运转 25 年,原料处理量超过 1.5×10^5 t,加工品种多达数十种。工业化的亚临界流体萃取生产线主要包括萃取系统、蒸发系统、溶剂冷凝回收系统及辅助系统等,各系统中所涉及的容器类设备均为低压二类压力容器。其中,萃取系统可根据产量选择由 1~6 台萃取罐组成,每台萃取罐容积为 4~12 m³;溶剂回收所用压缩机可根据萃取溶剂种类选用氨压缩机、液化石油气压缩机或氟利昂压缩机;蒸发系统则通常由连续的两级升膜蒸发器和一级降膜蒸发器组成,如遇特殊产品还可增加一级真空薄膜蒸发器;在产量较低时,也可使用蒸发罐间歇地完成萃取液蒸发。

3.2 技术优势

与传统六号溶剂(正己烷)相比,亚临界流体具有萃取温

度低、脱溶温度低以及产品品质高的优势。具体表现在以下四个方面:① 最大限度地保质萃取。由于萃取溶剂的沸点低,低温即可实现脱溶,保护了原料中的热敏性成分。② 经济效益高。亚临界流体萃取具有设备投入低、产量高、易于工业化放大的显著优势,该技术在中国已实现大规模生产,处理量 20 t/d 的成套设备大约 150 万元^[1]。③ 节能效果明显。溶剂汽化所吸收热量(汽化潜热)和压缩液化释放热量(液化潜热)可通过内部热交换系统实现能量补偿,以达到节能目的^[25],理论计算表明,在充分热交换的前提下,液化石油气溶剂蒸发所需能量(压缩机消耗的能量)仅为以蒸汽为能源蒸发常规溶剂的 1/11。④ 产品中溶剂残留少。试验^[26]表明,通过亚临界丁烷萃取后油和粕中丁烷残留分别为 1,100 mg/kg,远远低于正己烷萃取溶剂在油和粕中残留量(50,700 mg/kg)。

3.3 连续式亚临界萃取装备开发

随着亚临界流体萃取技术在农产(食)品加工领域中的推广,原料处理量大幅提升,然而,现阶段工业化装备的处理能力无法满足,特别是工艺流程的连续化、自动化程度还有待提高。因此,祁鲲^[27-29]对萃取罐阀门系统进行了优化,通过采用换向电磁阀、控制继电器等电器元件,实现了阀门系统的自动化控制;同时,对溶剂蒸发系统进行改进,采用多级蒸发装置联用,实现了亚临界萃取液的连续脱溶;此外,端木凡林^[30]通过使用两级旋转密封进料阀和两级旋转密封排料阀,实现了进、出料的连续化。虽然,这些连续式亚临界流体装备是建立在工业化装备基础上的优化,但大多还处在设计阶段,到实现工业化应用的程度还需要进行大量研究和论证。

4 展望

亚临界流体萃取技术在农产(食)品加工领域已得到广泛应用,但装备的发展情况还不足以满足市场需求。特别是缺乏大规模的连续化、自动化亚临界流体萃取设备,难以达到对大宗农产品的处理要求。其中,在一定压力状态下(0.5 MPa)的连续进、出料是限制亚临界流体萃取设备实现连续化的关键因素,为解决这一问题,需要农产(食)品加工领域和机械设计领域的科研工作者携起手来共同努力。

参考文献

[1] 祁鲲. 亚临界溶剂生物萃取技术的发展及现状[J]. 粮食与食品工业, 2012, 19(5): 5-8.

[2] 祁鲲. 亚临界低温萃取技术在天然产物提取中的应用及前景[C]// 首届中国亚临界生物萃取技术发展论坛论文集. 安阳: 中国国际科技促进会, 国家级安阳高新技术产业开发区管委会, 河南省亚临界萃取设备工程技术研究中心, 2016: 68-74.

[3] LIU Zeng-gen, MEI Li-juan, WANG Qi-lan, et al. Optimization of subcritical fluid extraction of seed oil from *Nitraria tangutorum*, using response surface methodology [J]. LWT-Food Science and Technology, 2014, 56(1): 168-174.

[4] 宋国辉, 黄纪念, 孙强, 等. 加压液化气亚临界萃取技术在农产品加工中的应用[J]. 农产品加工: 学刊, 2014(8): 62-66.

[5] ROSENTHAL H, TREVITHICK H P. Low boiling hydrocarbons as oil extraction media[J]. Oil and Soap, 1934, 11(7): 133-134.

[6] KOSAKU Yasuda, TETSUO Arai, TOSHIKAZU Tokunaga. Studies on extraction of soybeans by liquid butane I: Adaptability of liquid butane as xtraction solvent and the extraction condition[J]. Journal of Japan Oil Chemists' Society, 1961, 10(7): 390-394.

[7] KOSAKU Yasuda, YOSHIYUKI Kawase, TOSHIKAZU Tokunaga. Studies on extraction of soybeans by liquid butane II: Optimum extraction condition and quality of the products[J]. Journal of Japan Oil Chemists' Society, 1961, 10(8): 456-459.

[8] KOSAKU Yasuda, HISASHI Watanabe, TOSHIKAZU Tokunaga. Studies on extraction of soybeans by liquid butane III: Quality of the extraction products [J]. Journal of Japan Oil Chemists' Society, 1961, 10(9): 527-531.

[9] 祁鲲, 汪学德. 液化石油气浸出油脂的研究[J]. 中国油脂, 1995(2): 16-22.

[10] 朱新亮. 亚临界流体萃取装备及其在中药提取中的应用[C]// 传统医药国际科技大会. 2009: 29-32.

[11] 徐斌, 朱新亮, 董英, 等. 天然产物有效成分的亚临界流体萃取装置, 中国, 20157881U[P]. 2009-09-15.

[12] MACHADO A P D F, PASQUEL Reátegui J L, BARBERO G F, et al. Pressurized liquid extraction of bioactive compounds from blackberry (*Rubus fruticosus*, L) residues: a comparison with conventional methods[J]. Food Research International, 2015, 77: 675-683.

[13] BIER M C J, MEDEIROS A B P, OLIVEIRA J S D, et al. Liquefied gas extraction: A new method for the recovery of terpenoids from agroindustrial and forest wastes[J]. Journal of Supercritical Fluids, 2016, 110: 97-102.

[14] PLAZA M, TURNER C. Pressurized hot water extraction of bioactives[J]. Trends in Analytical Chemistry, 2015, 71: 39-54.

[15] BENITO-ROMÁNÓ, ALONSO E, COCERO M J. Pressurized hot water extraction of β -glucans from waxy barley[J]. Journal of Supercritical Fluids, 2013, 73: 120-125.

[16] ZHAO Li-chao, ZHANG Yong, HE Li-ping, et al. Soy sauce residue oil extracted by a novel continuous phase transition extraction under low temperature and its refining process[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2014, 62(14): 3 230-3 235.

[17] 祁鲲. 液化石油气浸出油脂工艺, 中国, 1050739[P]. 1991-04-17.

[18] HAMDAN S, DAOOD H G, TOTH-MARKUS M, et al. Extraction of cardamom oil by supercritical carbon dioxide and sub-critical propane[J]. Journal of Supercritical Fluids, 2008, 44(1): 25-30.

[19] PEDERSSETTI M M, PALÚ F, DA S E, et al. Extraction of canola seed (*Brassica napus*) oil using compressed propane and supercritical carbon dioxide[J]. Journal of Food Engineering, 2011, 102(2): 189-196.

(下转第 220 页)

118-126.

[25] PEJ CZ E, CZA JA A, WOJCIECHOWICZ-BUDZISZ A, et al. The potential of naked barley sourdough to improve the quality and dietary fibre content of barley enriched wheat bread[J]. Journal of Cereal Science, 2017, 77: 97-101.

[26] FERRARI B, FINOCCHIARO F, STANCA A M, et al. Optimization of air classification for the production of β -glucan-enriched barley flours[J]. Journal of Cereal Science, 2009, 50 (2): 152-158.

[27] GÓMEZ-CARAVACA A M, VERARDO V, CANDIGLIOTA T, et al. Use of air classification technology as green process to produce functional barley flours naturally enriched of alkylresorcinols, β -glucans and phenolic compounds[J]. Food Research International, 2015, 73: 88-96.

[28] HOLTEKJOLEN A K, UHLEN A K, BRATHEN E, et al. Contents of starch and non-starch polysaccharides in barley varieties of different origin[J]. Food Chemistry, 2006, 94 (3): 348-358.

[29] JADHAV S J, LUTZ S E, GHORPADE V M, et al. Barley: Chemistry and Value-Added Processing[J]. Critical Reviews in Food Science & Nutrition, 1998, 38(2): 123-171.

[30] SILVENTOINEN P, SIPPONEN M H, HOLOPAINEN-MANTILA U, et al. Use of air classification technology to produce protein-enriched barley ingredients[J]. Journal of Food Engineering, 2018, 222: 169-177.

[31] STEVENSON D G, INGLETT G E, CHEN D, et al. Phenolic content and antioxidant capacity of supercritical carbon dioxide-treated and air-classified oat bran concentrate microwave-irradiated in water or ethanol at varying temperatures[J]. Food Chemistry, 2008, 108(1): 23-30.

[32] GAMEL T H, LINSSEN J P, MESALLAM A S, et al. Seed treatments affect functional and antinutritional properties of amaranth flours[J]. Journal of the Science of Food & Agriculture, 2006, 86(7): 1 095-1 102.

[33] HANSEN J Ø, SKREDE A, MYDLAND L T, et al. Fractionation of rapeseed meal by milling, sieving and air classification: Effect on crude protein, amino acids and fiber content and digestibility[J]. Animal Feed Science & Technology, 2017, 230: 143-153

[34] WU Y V, ABBOTT T P. Protein enrichment of defatted sorghum meal by air classification[J]. Journal of the American Oil Chemists Society, 2003, 80(2): 167-169.

[35] SRINIVASAN R, SINGH V. Physical properties that govern fiber separation from distillers dried grains with solubles (DDGS) using sieving and air classification[J]. Separation & Purification Technology, 2008, 61(3): 461-468.

(上接第 207 页)

[10] KAMINOGAWA S. Intestinal immune system and prebiotics[J]. Bioscience and Microflora, 2002, 21(1): 63-68.

[11] SHIMIZU T. Health claims on functional foods: Japanese regulations and an international composition[J]. Nutrition Research Reviews, 2003, 16(2): 241-252.

[12] PATEL D, DUFOUR Y, DOMIGAN N. Functional food and nutraceutical registration processes in Japan and China: a diffusion of innovation perspective[J]. Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences, 2008, 11(4): 1-11.

[13] TOKUNAGA T. A present situation of foods for specified health use (FOSHU) in Japan[J]. Nihon Yakurigaku Zasshi: Folia Pharmacologica Japonica, 1997, 110: 17P-22P.

[14] SANDERS M E. Overview of functional foods: emphasis on probiotic bacteria[J]. International Dairy Journal, 1998, 8(5/6): 341-347.

[15] YAMADA K, SATO-MITO N, NAGATA J, et al. Health claim evidence requirements in Japan[J]. The Journal of Nutrition, 2008, 138(6): 1 192S-1 198S.

[16] MAKOTO Shimizu. Functional food in Japan: current status and future of gut-modulating food[J]. Journal of Food & Drug Analysis, 2012(20): 213.

[17] REILLY C. Functional foods-a challenge for consumers[J]. Trends in Food Science & Technology, 2014, 5(4): 121-123.

(上接第 211 页)

[20] 曹庸, 刘汉桢, 戴伟杰, 等. 一种多功能连续相变萃取装置, 中国, 103349849A[P]. 2013-10-16.

[21] 谭荣威, 曹庸, 利嘉城. 桉叶多酚连续相变提取工艺的优化[J]. 食品与机械, 2015, 31(4): 183-186.

[22] 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.

[23] 朱新亮, 祁鲲. 亚临界流体萃取实验室成套设备研究现状及其应用[C]// 首届中国亚临界生物萃取技术发展论坛论文集. 安阳: 中国国际科技促进会, 国家级安阳高新技术产业开发区管委会, 河南省亚临界萃取设备工程技术研究中心, 2016: 81-87.

[24] HENRY Rosenthal. Oil treating process: US, 2152664[P]. 1939-04-04.

[25] 张明. 低温压榨菜籽饼油脂亚临界萃取工艺技术研究[D]. 武汉: 中国农业科学院, 2015: 35.

[26] 周世龙. 大豆胚芽油的亚临界丁烷萃取特性研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2014: 4-9.

[27] 祁鲲. 萃取罐阀门自动控制系统及设置有该系统的萃取罐, 中国, 205991218U[P]. 2017-03-01.

[28] 祁鲲. 亚临界萃取液连续蒸发系统, 中国, 205925038U[P]. 2017-02-08.

[29] 祁鲲. 亚临界连续萃取脱溶设备, 中国, 206051975U[P]. 2017-03-29.

[30] 端木凡林. 亚临界流体连续萃取装置, 中国, 203315790U[P]. 2013-06-23.