第 29卷 第 5期 分析测试学报 Vol. 29 No. 5
2010年 5月 FENXI CESHI XUEBAO (Journal of Instrumental Analysis) 527～529

芝麻中芝麻素含量的高效液相色谱法测定

余少冲[1]，钟 玲[2]，李迎霞[1]，葛发欢[1,3]

(1. 中山大学 生命科学学院，广东 广州 510275; 2. 广东药学院 药科学院，广东 广州 510006;
3. 中药提取分离过程现代化国家工程研究中心，广东 广州 510240)

摘 要：建立了一种快速、简便测定芝麻中芝麻素含量的方法。将芝麻粉碎后用甲醇超声提取，优化了粉碎粒径、超声料液比和提取时间。结果表明，芝麻样品经粉碎及超声萃取后，采用高效液相色谱法(HPLC)测定，色谱柱为 C_{18} (4.6 mm ×250 mm，5 μm)，流动相为甲醇 - 水(75 ∶25)，流速 1.0 mL/min，柱温 30 ℃，检测波长 286 nm。芝麻素在 0.043 84～0.569 9 μg范围内线性关系良好，回归方程为 $A = 1\ 346\ 015m + 2\ 136$，$r^2 = 0.999\ 9$；芝麻素的加标回收率为 100%，RSD 为 1.1%，不同产地芝麻中的芝麻素含量测定结果为 0.260%～0.502%。该方法具有操作简便、稳定、专属、可重复的特点，可用于芝麻的质量控制。

关键词：高效液相色谱法；芝麻；芝麻素
中图分类号：O657.72; S565.3 **文献标识码**：A **文章编号**：1004 - 4957(2010)05 - 0527 - 03
doi: 10.3969/j.issn.1004 - 4957.2010.05.022

Determination of Sesamin in Sesame by High Performance Liquid Chromatographic Method

YU Shao-chong[1], ZHONG Ling[2], LI Ying-xia[1], GE Fa-huan[1,3]

(1. School of Life Sciences, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China; 2. College of Pharmacy, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China; 3. National Engineering Research Center for Modernization of Extraction and Separation Process of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510240, China)

Abstract: A rapid method for the determination of sesamin in sesame seeds using high performance liquid chromatographic (HPLC) method was established. The sesame samples were crushed and extracted with methanol by an ultrasonic method and detected directly by HPLC method. Effects of particles size, amounts of solvent and extraction time were investigated. The separation was performed on a C_{18} column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with a mobile phase of methanol - water (75 ∶25, by volume) at flow rate of 1.0 mL/min. The column temperature was set at 30 ℃ and the detection wavelength was 286 nm. The calibration curve was linear for sesamin in the range of 0.043 84 - 0.569 9 μg with regression equation of $A = 1\ 346\ 015m + 2\ 136$ and $r^2 = 0.999\ 9$. The average recovery was 100% and RSD ($n = 6$) was 1.1%. The method was used to determine sesamin in sesame samples collected from different place, and the result indicated that the sesamin contents were in the range of 0.260% - 0.502%. This method was simple, fast, stable, accurate and repeatable, and could be applied in the control of the quality of sesame seeds.

Key words: HPLC; sesame; sesamin

芝麻 (Sesame seeds)为胡麻科植物胡麻 (*Sesamum indicum* L.)的干燥种子[1]。芝麻中的芝麻素具有解毒，抗高血压、减少胆固醇吸收、保护肝脏、调节脂质代谢，抗癌以及调节免疫力等多种生理活性[2-8]。芝麻素在国际市场上价格昂贵，具有广阔的开发前景和市场需求。我国芝麻资源丰富，有很大的发展潜力[4]。芝麻在我国的可种植地区广泛，不同地区生产的芝麻质量参差不齐，其芝麻素含量有很大差异。国家标准[9]依据不同指标将芝麻划分等级，但未对芝麻素的含量进行规定。不同等级的芝麻价格差异大，鉴于芝麻素的高附加值，把芝麻素含量列入划分芝麻等级的标准具有实际意义。因此需要建立一种简便、快捷的测定芝麻素含量的方法。

收稿日期：2009 - 10 - 27; **修回日期**：2010 - 03 - 30
第一作者：余少冲(1984 -)，男，广东汕头人，硕士研究生
通讯作者：葛发欢，Tel: 13825151042，E - mail: gefahuan@163.com

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

芝麻素含量的检测方法主要有薄层扫描法 (TLCS)[10-11]、高效液相色谱法[12-13]等。但大多是通过从芝麻中提取芝麻油后间接测定芝麻素的含量，前处理繁琐、费时且溶剂消耗量大；或是前处理直接采用有机溶剂溶解[14]，但溶剂与流动相的极性差异大，易造成色谱峰拖尾；或是把芝麻油脂类物质带入色谱柱，多次进样后基线漂移，影响定量，同时也缩短了分析柱寿命。根据前期对芝麻中芝麻素提取工艺的研究[15]，本文优化了其含量测定的预处理方法，建立了一种快速、简便、准确的测定方法，并进行了方法学考察。本法不受其它成分的干扰，重复性好，可用于芝麻质量的控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

2695型高效液相色谱仪、2996型二极管阵列检测器 (美国 Waters公司)；Hypersil-ODS2色谱柱 (大连依利特公司)；KQ-250DE型数控超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司，350 W)；德国赛多利斯微量电子天平；芝麻素标准品 (中国药品生物制品检定所，使用前用 P_2O_5 干燥 24 h)；甲醇为色谱纯，水为高纯水，其余试剂均为分析纯；芝麻购于国内各大粮油公司。

1.2 溶液的制备

对照品溶液的配制：精密称取芝麻素对照品适量，用甲醇配成 0.02 g/L的对照品溶液，超声溶解，摇匀备用。

供试样品溶液的配制：取经粉碎过小于 0.850 mm (24目)筛的芝麻样品约 0.15 g于具塞三角烧瓶中，精密称定；精密加入 25 mL甲醇，称重，超声振荡提取 10 min，静置冷却，补足到称重重量，过滤，取滤液作为供试品溶液。

1.3 HPLC条件

色谱柱：Hypersil-ODS2 (4.6 mm ×250 mm，5μm)；流动相：甲醇 - 水 (75 ∶25)；流速为 1 mL/min；柱温 30 ℃；检测波长 286 nm。

2 结果与讨论

2.1 样品预处理方法的优化

2.1.1 **样品粉碎粒径的影响** 实验表明，粉碎粒径小于 0.850 mm时提取效果好，考虑到芝麻样品过 0.355 mm (50目)、0.250 mm (65目)筛的难度较大，实验选择将芝麻样品粉碎至 0.850 mm以下。

2.1.2 **料液比的影响** 比较了 25 mL甲醇中分别加入 0.10、0.15、0.20、0.25 g样品的提取效果。结果表明，25 mL甲醇中加入 0.15 g样品时提取效果最好。

2.1.3 **超声时间与超声次数的影响** 考察了样品超声时间为 5.0、10、15、20、30 min时的提取效果。结果表明，超声振荡提取 10 min后，继续延长超声时间，芝麻素的浓度不再增大。同时比较了超声 10 min，提取 1次与提取 2次的效果，结果显示提取效果差异不大，因此实验选用超声时间 10 min，超声提取 1次。

2.2 样品前处理方法的优化

2.2.1 **提取溶剂的影响** 考察了甲醇、乙醇、正己烷、氯仿和乙酸乙酯对芝麻素提取效果的影响。其中，正己烷、氯仿、乙酸乙酯均为亲脂性溶剂，提取效果好，但提取液中存在油份，直接进样会使油残留于分析柱中，影响柱效；若挥发至干后用甲醇再次溶解，则会由于油脂的存在，导致测得含量很低。同时这 3种溶剂与流动相的极性差异大，不适于系统。采用甲醇和乙醇为提取溶剂则能有效避免该问题，其中甲醇的提取效果优于乙醇。故实验选择甲醇为提取溶剂。

2.2.2 **提取方法的影响** 比较了索氏提取法、加热回流提取和超声提取方法的提取效果。结果表明，索氏提取效果差，加热回流和超声提取效果较好，从便捷性考虑，实验选择芝麻样品预处理方法为超声振荡提取。

将甲醇超声制备的供试样品进样，芝麻素的保留时间为 6.2 min，色谱峰不受干扰，分离度达到要求，基线平稳，不需要进行样品的后续处理，色谱图见图 1。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

2.3　色谱条件的确定

将芝麻素对照品在 190～400 nm 波长进行扫描，供试品在 202 nm 处有最大吸收，在 286 nm 处有较强吸收，但由于样品在低波长处受背景干扰较大，故实验选择检测波长为 286 nm。

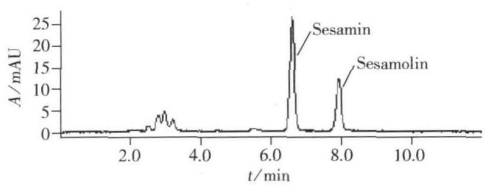

图 1　供试样品的色谱图
Fig. 1　Chromatogram of tested sample

采用甲醇 - 水作流动相即可实现色谱峰较好的分离，实验考察了甲醇与水的体积比对色谱峰分离的影响。结果表明，以体积比为 75 ∶25的甲醇 - 水为流动相时，色谱峰可实现良好分离，且出峰时间短、峰形对称。

考察了柱温的影响。实验表明，随着柱温升高，保留时间缩短。在 25～40 ℃范围内，色谱峰的分离度良好，柱温对芝麻素的分析无显著影响，实验选择适宜温度为 30 ℃。

2.4　方法学考察

2.4.1　**线性范围**　精密吸取不同浓度的对照品溶液，按色谱条件分别进样，以峰面积 (A) 为纵坐标，芝麻素进样量 (m，μg) 为横坐标绘制标准曲线，回归方程为 $A = 1\ 346\ 015m + 2\ 136$，$r^2 = 0.999\ 9$，芝麻素在 0.043 84～0.569 9 μg 范围内线性关系良好。

2.4.2　**加标回收率实验**　取已知含量的样品 6份，每份约 0.08 g，精密称定，分别添加已知浓度的芝麻素对照品 25 mL，制成供试样品溶液，按色谱条件测定。平均回收率为 100%，RSD ($n = 6$) 为 1.1%。

2.4.3　**重复性实验**　精密称取芝麻样品 6份，按“1.2”方法制成供试品溶液，按色谱条件测定，芝麻素峰面积的 RSD ($n = 6$) 为 1.3%，表明方法具有良好的重复性。

2.4.4　**稳定性实验**　取同一批样品溶液，在 0、2、4、6、8、10、12、24 h 分别进样，芝麻素峰面积的 RSD 为 0.9%，样品在 24 h 内稳定。

2.4.5　**检出限与定量下限**　根据计算，方法的检出限 ($S/N = 3$) 和定量下限 ($S/N = 10$) 分别为 4.0、12 ng。

2.5　样品测定

分别精密称取产地为河南、河北、江西、山东、安徽、南非、印度、埃塞俄比亚的芝麻样品，按照实验方法制备供试品溶液并测定，其芝麻素的含量分别为 0.502%、0.469%、0.416%、0.341%、0.323%、0.417%、0.260%、0.456%。

结果表明，不同产地芝麻样品中的芝麻素含量差异较大，其中河南、河北的芝麻中芝麻素含量较高，印度芝麻中芝麻素含量最少。在芝麻素的开发过程中，要注意选择芝麻素含量高的产地作为原料生产地。

参考文献：

[1]　李娜. 芝麻的营养成分与食疗保健作用 [J]. 中国食物与营养，2008，(5)：55 - 57.
[2]　张燕飞，谷克仁. 芝麻中芝麻素提取工艺研究进展 [J]. 粮食与油脂，2008，11：8 - 10.
[3]　唐传核，彭志英. 芝麻木酚素“芝麻素”研究概况 [J]. 粮食与油脂，2000，6：37 - 39.
[4]　戴洪平，王兴国，余春涛. 芝麻素的研究及开发 [J]. 中国油脂，2003，28(6)：52 - 54.
[5]　侯滨滨，李楠，刘元. 芝麻中的木酚素类物质 [J]. 食品研究与开发，2005，26(6)：137 - 139.
[6]　HIROMI Y，MEGUMI T，YUKA T. et al. Antioxidant distributions and triacylglycerol molecular species of sesame seeds (sesamum indicum) [J]. J Am Oil Chem Soc，2007，84(2)：165 - 172.
[7]　ALI A M，AFAF K E. Sesame seed is a rich source of dietary lignans[J]. JAOCS，2006，83(8)：719 - 723.
[8]　魏艳静，卞红磊，余文静，等. 芝麻素对肝癌 H_{22} 细胞增殖及 H_{22} 荷瘤小鼠肿瘤生长的影响 [J]. 中草药，2008，39(8)：1222 - 1224.
[9]　南京野生植物综合利用研究院. GB/T 11761 - 2006：芝麻 [S]. 北京：中国标准出版社，2007.
[10]　徐丽华，赵渤年，何心亮. 黑芝麻中芝麻素的含量测定 [J]. 时珍国药研究，1998，9(2)：124 - 125.
[11]　李泳雪，曾伟杰，吴斌. 薄层扫描法测定通便通胶囊中芝麻素的含量 [J]. 中国中药杂志，2002，27(7)：517 - 544.
[12]　郭增军，刘辉，王利. HPLC法测定不同品种商品细辛中细辛脂素和芝麻脂素的含量 [J]. 中药材，2001，24(4)：273 - 274.
[13]　戴洪平，王兴国，金青哲. HPLC法测定芝麻油中生理活性成分——芝麻素 [J]. 食品科技，2004，3：86 - 88.
[14]　陶郁华，沈晓燕，郑国生，等. 反相高效液相色谱法分析芝麻油中芝麻素 [J]. 中国油脂，2007，32(6)：74 - 77.
[15]　谢春英，袁雨婕，宁德山，等. 超临界 CO_2 萃取芝麻油及芝麻素的工艺研究 [J]. 中药材，2007，30(9)：1163 - 1165.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net