

高效液相色谱法测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素

LC-169

摘要：本实验使用岛津 Nexera XR 超快速液相色谱仪，参考国标《GB/T 31579-2015 粮油检验芝麻油中芝麻素和芝麻林素的测定高效液相色谱法》建立测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素的分析方法。该方法在线性范围为 0.2-500.0 mg/L 内，芝麻素和芝麻林素的相关系数均为 0.9999，线性良好。仪器检测限和定量限范围分别为：芝麻素 0.019 mg/L 和 0.026 mg/L，芝麻林素 0.066 mg/L 和 0.085 mg/L。精密度实验中，芝麻素和芝麻林素的保留时间相对标准偏差为 0.068-0.13%；峰面积的相对标准偏差分别为 0.10-2.4% 和 0.085-2.7%。芝麻素和芝麻林素加标回收率在 80.1-93.3% 之间。

关键词：芝麻油 芝麻素 芝麻林素 高效液相色谱

芝麻油是从芝麻中提炼出来的，呈琥珀色，具有特殊香味。芝麻油作为食用油，可调制凉热菜肴，其含有人体必需的饱和脂肪酸和氨基酸，居各种植物油之首。芝麻油中含有特有的芝麻素和芝麻林素，对流感病毒、仙台病毒和结核杆菌有抑制作用，临床上可用于抗病毒、杀菌剂、抗氧化剂、杀虫增效剂和治疗气管炎，在农业上可用作除虫菊酯的增效剂。

过去测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素所使用的分析

方法有：紫外光谱法、薄层色谱法、气相色谱法等，而采用高效液相色谱法操作更为简便省时，结果准确度高。

本实验使用岛津 Nexera XR 超快速液相色谱仪，参考国标《GB/T 31579-2015 粮油检验芝麻油中芝麻素和芝麻林素的测定高效液相色谱法》建立测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素的分析方法。岛津 Nexera XR 超快速液相色谱仪具有选择性高、分析速度快、重复性好等特点，适合用于粮油检验的检测分析。

实验部分

1.1 仪器 Nexera XR 超快速液相色谱仪

具体配置为：LC-20AD_{XR}×2(输液泵)，DGL-20A₅(在线脱气机)，SIL-20AC_{XR}(自动进样器)，CTO-20AC(柱温箱)，CBM-20A(系统控制器)，SPD-M20A(二极管阵列检测器)，LabSolutions Ver5.89(色谱工作站)。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS II(3.0 mm×100 mm, 2.2 μm)

流动相：A：水 B：甲醇

洗脱方式：等度洗脱，A/B = 25/75(v/v)。

检测波长：287 nm

柱温：40℃

流速：0.9 mL/min

进样量：5 μL

1.3 标准溶液配制

分别取芝麻素和芝麻林素标准品适量，配制成浓度为 0.2、0.4、2.0、4.0、20.0、40.0、100.0 和 500.0 mg/L 的标准系列溶液，于 4℃冰箱中避光存放。

1.4 样品制备

参考国标《GB/T 31579-2015 粮油检验芝麻油中芝麻素和芝麻林素的测定高效液相色谱法》8.1 样品的提取、净化和富集进行。

称取 0.5 g 芝麻油样品，精确至 1 mg，用 2 mL SPE 上样液（正己烷 / 三氯甲烷 = 70/30(v/v)）充分溶解，以 (1~2) 滴 /s 的速度过串联双柱（氨基固相萃取柱串联硅胶固相萃取柱），弃去流出液；吸取 5 mL 的 SPE 上样液，以 2 滴 /s 的速度洗涤双柱，弃去洗涤液；取下氨基固相萃取柱，吸取 3 mL 的 SPE 上样液，以 (1~2) 滴 /s 的速度单独洗涤硅胶固相萃取柱，弃去洗涤液；吸取 2 mL 的 SPE 淋洗液（环己烷 / 丙酮 = 90/10(v/v)），以 (1~2) 滴 /s 的速度洗涤硅胶固相萃取柱，弃去洗涤液；最后吸取 10 mL 的 SPE 洗脱液（环己烷 / 丙酮 = 80/20(v/v)），以 (2~3) 滴 /s 的速度洗脱硅胶固相萃取柱，收集全部洗脱液于 25 mL 的棕色容量瓶中，并用异丙醇定容，作为样品提取液。样品提取液用过滤器过滤后进行液相色谱测定。

结果与讨论

2.1 标准品的色谱图

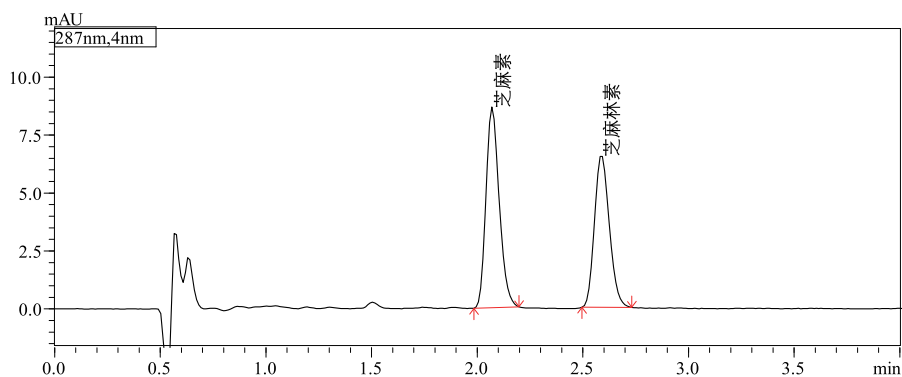


图1 4.0 mg/L芝麻素和芝麻林素标准溶液色谱图

2.2 标准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积比为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 2 所示，芝麻素和芝麻林素在 0.2-500.0 mg/L 线性浓度范围内，线性相关性良好，相关系数均为 0.9999，具体结果见表 1。

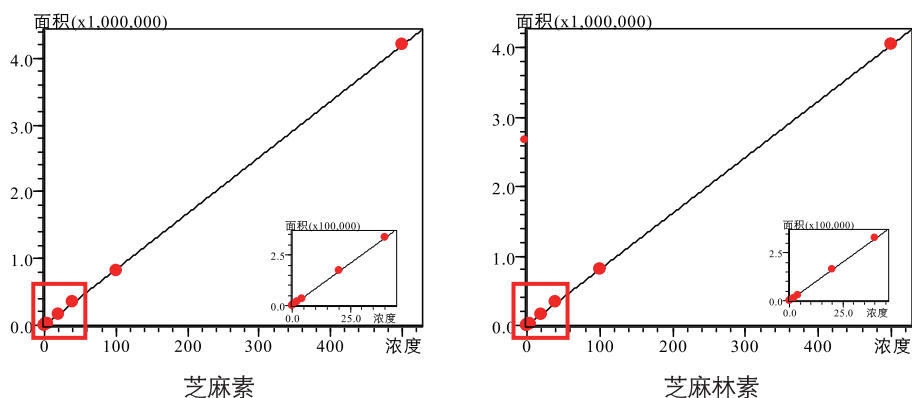


图2 芝麻素和芝麻林素标准曲线

表1 标准曲线参数

中文名称	英文名称	CAS No.	线性范围 (mg/L)	线性方程	相关系数	准确度%
芝麻素	Sesamin	607-80-7	0.2-500.0	$Y = (8382.63)X + (-193.627)$	0.9999	94.1-105.7
芝麻林素	Sesamol	526-07-8		$Y = (8082.45)X + (9.74015)$	0.9999	92.3-102.7

2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定, 选择浓度为 0.2、4.0 和 40.0 mg/L 的芝麻素和芝麻林素混合标准溶液依次进样, 连续进样测定 6 次。芝麻素和芝麻林素的保留时间相对标准偏差为 0.068-0.13%; 峰面积的相对标准偏差分别为 0.10-2.4% 和 0.085-2.7%(具体结果见表 2)。结果表明该仪器具有良好的精密度。

表2 精密度的结果(n=6)

名称	RSD% (0.2 mg/L)		RSD% (4.0 mg/L)		RSD% (40.0 mg/L)	
	保留时间(min)	峰面积	保留时间(min)	峰面积	保留时间(min)	峰面积
芝麻素	0.10	2.4	0.087	0.19	0.068	0.10
芝麻林素	0.13	2.7	0.10	0.071	0.85	0.084

2.4 灵敏度实验

按照 1.2 分析条件测定, 标准曲线中最低点 0.2 mg/L 计算仪器灵敏度, 通过 LabSolutions 软件计算仪器检测限及定量限。仪器检测限和定量限分别为: 芝麻素 0.019 mg/L 和 0.026 mg/L, 芝麻林素 0.066 mg/L 和 0.085 mg/L, 结果见表 3。

表3 芝麻素和芝麻林素灵敏度实验结果

名称	检测限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
芝麻素	0.019	0.066
芝麻林素	0.026	0.085

2.5 加标回收率

取 1.4 制备得到的芝麻油提取溶液注入液相色谱仪, 得到图 3 样品色谱图。国标 GB/T 31579-2015 规定芝麻素方法检出限为 0.01 mg/g, 芝麻林素方法检出限为 0.02 mg/g, 样品中检测到芝麻素含量为 5.2 mg/g, 芝麻林素含量为 1.7 mg/g。取芝麻油样品 0.5 g, 加入芝麻素和芝麻林素混合标准溶液, 按照 1.4 样品制备方法处理样品, 最终定容体积为 25 mL。使最终加标量为 6.0 mg/g 和 16.0 mg/g, 样品加标色谱图见图 4, 加标回收率结果如表 4 所示。由表 4 可知, 样品中芝麻素和芝麻林素回收率分别为 80.1-93.3% 和 83.6-91.9%。加标样品在定量限以上有良好响应, 能够满足样品定量分析要求。

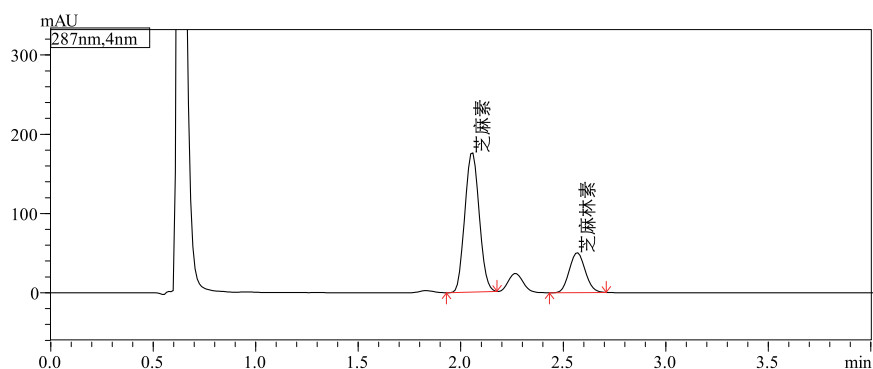


图3 芝麻油提取液样品色谱图

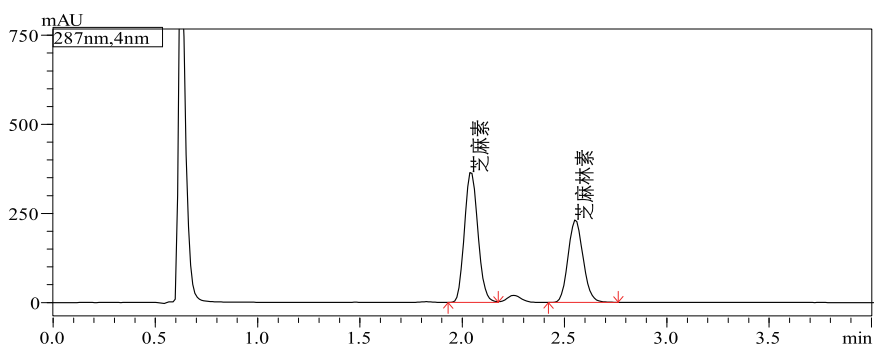


图4 样品加标(6 mg/g)色谱图

表4 加标回收率结果(n=3)

名称	检出浓度(mg/g)	加标测试结果(mg/g)	加标量(mg/g)	平均回收率%	RSD%
芝麻素	5.2	10.0	6.0	80.1	2.3
		18.6	16.0	83.6	1.5
芝麻林素	1.7	7.3	6.0	93.3	2.5
		16.4	16.0	91.9	1.4

结论

本实验使用岛津 Nexera XR 超快速液相色谱仪，参考国标《GB/T 31579-2015 粮油检验芝麻油中芝麻素和芝麻林素的测定高效液相色谱法》建立测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素的分析方法。该方法在线性范围为 0.2-500.0 mg/L 内，芝麻素和芝麻林素的相关系数均为 0.9999，线性良好。仪器检测限和定量限范围分别为：芝麻素 0.019 mg/L 和 0.026 mg/L，芝麻林素 0.066 mg/L 和 0.085 mg/L。芝麻素和芝麻林素的保留时间相对标准偏差为 0.068-0.13%；峰面积的相对标准偏差分别为 0.10-2.4% 和 0.085-2.7%。芝麻素和芝麻林素加标回收率在 80.1-93.3% 之间。

岛津 Nexera XR 超快速液相色谱仪灵敏度高、重复性好，适用于粮油检验及相关行业部门的检测分析。