

芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素 检测方法优化

刘春梅, 林春兰, 刘昌树, 郑绣蓓

(佳格食品(中国)有限公司, 江苏 太仓 215400)

摘要:采用有机溶剂甲醇提取、HPLC同时分析芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素含量。为提高分析质量与准确性,优化甲醇提取溶剂用量和超声辅助提取的时间,并对检测方法进行方法学考察。结果表明:最佳提取条件为甲醇用量10 mL(芝麻油0.1 g),超声时间2 min;芝麻素、芝麻林素和细辛素线性范围分别为4~100 mg/L、4~100 mg/L和1~40 mg/L,线性关系良好,相关系数分别为0.999 5、0.999 6和0.999 2;芝麻素、芝麻林素和细辛素的检出限分别为0.03、0.02 mg/g和0.02 mg/g,定量限分别为0.06、0.06 mg/g和0.04 mg/g,加标回收率分别为87.17%~92.59%、92.71%~102.24%和95.66%~108.93%,加标回收率的相对标准偏差均小于5%,方法的稳定性、准确性和精密度均符合检测要求。该方法操作简单、耗时短(完成一次分析只需30 min)、成本低、稳定性高,能有效应用于芝麻油中3种木脂素组分的分析检测。

关键词:高效液相色谱;芝麻油;芝麻素;芝麻林素;细辛素

中图分类号:TS225.1;TS227 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)05-0111-06

Optimization of detection methods for sesamin, sesamolin and asarinin in sesame oil

LIU Chunmei, LIN Chunlan, LIU Tristan, ZHENG Xiuqian

(Standard Food (China) Co., Ltd., Taicang 215400, Jiangsu, China)

Abstract: The content of sesamin, sesamolin and asarinin in sesame oil was simultaneously analyzed by organic solvent methanol extraction and HPLC method. In order to improve the analysis quality and accuracy, the dosage of methanol extraction solvent and the time of ultrasound-assisted extraction were optimal, and the detection method was investigated. The results showed that the optimal extraction conditions were methanol dosage 10 mL (0.1 g sesame oil), ultrasonic time 2 min. The sesamin, sesamolin and asarinin had good linearity within the ranges of 4–100 mg/L, 4–100 mg/L and 1–40 mg/L, respectively, and their correlation coefficients were 0.999 5, 0.999 6 and 0.999 2, respectively. The LOD of sesamin, sesamolin and asarinin were 0.03, 0.02 mg/g and 0.02 mg/g, respectively, and their LOQ were 0.06, 0.06 mg/g and 0.04 mg/g, respectively. The recoveries of sesamin, sesamolin and asarinin were 87.17%–92.59%, 92.71%–102.24% and 95.66%–108.93%, respectively, with RSD all less than 5%. The stability, accuracy and precision of the method met the testing requirements. In conclusion, the method has advantages of simple operation, short time-consuming (only 30 min to complete an analysis), low cost, high stability, etc., and can be effectively applied to the analysis and detection of three lignan components in sesame oil.

Key words: HPLC; sesame oil; sesamin; sesamolin; asarinin

收稿日期:2021-06-29;修回日期:2021-11-08

作者简介:刘春梅(1989),女,研究员,硕士,主要从事油脂分析检测工作(E-mail) chunmeiliu@sfworldwide.com.cn。

通信作者:刘昌树,博士(E-mail) TristanLiu@sfworldwide.com.cn。

芝麻油不仅具有食用价值,也具有药用价值,是我国食用历史悠久的一种植物油。芝麻油因香味浓

郁、营养丰富而受广大消费者的喜爱。人们很早就发现芝麻油能长期存放不易发生氧化酸败,具有较高的氧化稳定性^[1]。这是因为芝麻油中不仅含有生育酚、甾醇等活性物质,还含有木脂素类化合物,这些木脂素类化合物的存在使芝麻油的氧化稳定性比其他食用油高^[2]。芝麻木脂素除了具有抗氧化作用外,还具有保护肝脏、调节脂质代谢、降低胆固醇和抗癌等生理活性^[3]。而在芝麻油加工过程中形成的细辛素还具有抗真菌、抗药物过敏等功能^[4-6]。因此,很多学者对芝麻木脂素类化合物进行了一系列的研究。

芝麻木脂素的分析检测方法有高效液相色谱法(HPLC)^[7-12]、薄层色谱法(TLC)^[13]、气相色谱法(GC)^[14]、气相色谱-质谱法(GC-MS)^[15]、超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)^[16]等,其中HPLC应用最为广泛。样品前处理方法有溶剂提取法^[7-10,17]、固相萃取法^[18-21]、皂化法^[22]等,其中溶剂提取法操作简单、应用范围广。目前现行的国家标准(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》中用氨基固相萃取柱和硅胶固相萃取柱串联的固相萃取法对样品进行前处理,此方法操作烦琐,存在回收率或重复性不佳等问题,且试验成本较高、耗时长,只检测芝麻素和芝麻林素两种组分。这两种组分是芝麻油中含量较高的两种木脂素组分,此外芝麻酚和细辛素也是比较常见的木脂素组分。细辛素是芝麻油在精炼过程由芝麻素异构化而成^[5],因此细辛素可以作为精炼芝麻油的一种特征指标。芝麻酚在精炼和未精芝麻油中均有可能存在,但实际检测中发现其含量较低^[7]。因此,本文主要研究芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素3种组分的分析检测方法。参照文献^[7,9],采用有机溶剂提取、HPLC同时分析芝麻油中3种木脂素组分,优化溶剂提取条件以提高检测的精密度,建立一种操作简单、快速、检测成本低、精密度高的方法,准确定性和定量芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素含量。

1 材料与方法

1.1 试验材料

芝麻油样品,购自当地超市;芝麻素标准品(CAS号为607-80-7,纯度 $\geq 98.8\%$)、芝麻林素标准品(CAS号为526-07-8,纯度 $\geq 99.5\%$)、甲醇(色谱纯),上海安谱科技有限公司;细辛素标准品(CAS号为133-04-0,纯度 $\geq 98\%$),麦克林生化科技有限公司;超纯水。

Agilent 1260 高效液相色谱仪(配 G7114A 紫外

检测器),美国安捷伦公司;分析天平,Sartorius 公司;涡旋混匀器,美国精骐有限公司;超声振荡仪,昆山市超声仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 标准品配制

标准储备液配制:分别精确称取芝麻素、芝麻林素和细辛素标准品各 20 mg,用甲醇溶解并定容至 10 mL,得质量浓度为 2 mg/mL 的芝麻素、芝麻林素和细辛素标准储备液。

标准工作液配制:各取 1 mL 芝麻素、芝麻林素和细辛素标准储备液,分别用甲醇定容至 10 mL,得质量浓度为 200 mg/L 的芝麻素、芝麻林素和细辛素标准中间液。标准中间液用甲醇进一步稀释,得到芝麻素、芝麻林素质量浓度分别为 4、8、20、40、100 mg/L 和细辛素质量浓度分别为 1、4、8、20、40 mg/L 的标准工作液,上机前配制。

1.2.2 液相色谱条件

ZORBAX Eclipse Plus C18 柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m);流动相为甲醇-水(体积比 75:25);流速 1 mL/min;进样量 10 μ L;柱温 30 $^{\circ}$ C;紫外检测器波长 287 nm。

1.2.3 样品前处理

称取 0.1 g 芝麻油样品于离心管中,加入 5 mL 甲醇,涡旋 2 min 以混合均匀;超声 2 min(超声频率为 40 kHz),以 4 500 r/min 离心 2 min,取上层清液于 10 mL 棕色容量瓶中。再分别用 3 mL 和 2 mL 甲醇进行上述提取步骤,合并上层清液,并用甲醇定容到 10 mL。

1.2.4 试样中芝麻素、芝麻林素和细辛素的测定及含量计算

标准工作液经 0.22 μ m 有机滤膜过滤后进行 HPLC 分析,以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线。样品提取液过 0.22 μ m 有机滤膜后进行 HPLC 分析。

试样中芝麻素、芝麻林素和细辛素含量的计算按公式(1)进行。

$$X = C \times V / m \quad (1)$$

式中: X 为芝麻素/芝麻林素/细辛素含量,mg/g; C 为根据峰面积和标准曲线计算得到的芝麻素/芝麻林素/细辛素的质量浓度,mg/L; V 为定容体积,L; m 为取样质量,g。

1.2.5 数据分析

所有试验重复 3 次,结果以“平均值 \pm 标准差”表示,采用 Excel 和 SPSS 19.0 软件进行数据整理和分析。

2 结果与分析

2.1 样品前处理条件优化

2.1.1 甲醇用量的优化

本文参考文献[7,9]选择甲醇作为提取溶剂。按1.2.3方法,取样品0.1 g,分别用5、10、15 mL甲醇进行提取,提取次数为3次,涡旋时间2 min,超声时间10 min,然后按1.2.4方法检测芝麻素、芝麻林素和细辛素含量,结果如表1所示。

表1 甲醇用量对芝麻素、芝麻林素和细辛素检测结果的影响

甲醇用量/mL	芝麻素含量/(mg/g)	芝麻林素含量/(mg/g)	细辛素含量/(mg/g)
5	2.75 ± 0.01 ^a	0.64 ± 0.01 ^a	0.45 ± 0.00 ^a
10	2.86 ± 0.01 ^b	0.67 ± 0.00 ^a	0.47 ± 0.01 ^a
15	2.83 ± 0.00 ^b	0.64 ± 0.04 ^a	0.46 ± 0.01 ^a

注:同一列数据上标字母不同表示差异显著($p < 0.05$)。下同

由表1可以看出:甲醇用量由5 mL增加至10 mL时,芝麻素的检测结果显著增加($p < 0.05$);甲醇用量由10 mL增加至15 mL时,芝麻素检测结果并没有显著差异($p > 0.05$);不同甲醇用量的芝麻林素和细辛素的检测结果差异不显著($p > 0.05$)。因此,选择甲醇用量为10 mL。

2.1.2 超声时间的优化

超声辅助提取法是利用超声过程产生的强烈振动、高加速度和空化作用,促使目标物进入提取溶剂中,以缩短提取时间、节省提取溶剂的一种提取方法,因此本文利用超声辅助提取芝麻油中的芝麻素、芝麻林素和细辛素。

按1.2.3方法,取样品0.1 g,用10 mL甲醇提取3次,涡旋时间2 min,固定超声时间分别为2、6、10、14 min,然后按1.2.4方法检测芝麻素、芝麻林素和细辛素含量,结果见表2。

由表2可知,超声时间延长,芝麻素、芝麻林素和细辛素检测结果并没有显著差异($p > 0.05$),说明超声时间对芝麻素、芝麻林素和细辛素检测结果影响不大,故选择最短超声时间2 min。

表3 芝麻素、芝麻林素和细辛素的标准曲线、相关系数、线性范围、检出限和定量限

组分	标准曲线	相关系数(r^2)	LOD/(mg/g)	LOQ/(mg/g)	线性范围/(mg/L)
芝麻素	$y = 14.76x + 12.97$	0.999 5	0.03	0.06	4 ~ 100
芝麻林素	$y = 13.72x + 11.12$	0.999 6	0.02	0.06	4 ~ 100
细辛素	$y = 16.48x - 5.14$	0.999 2	0.02	0.04	1 ~ 40

由表3可以看出,芝麻素、芝麻林素和细辛素标准曲线的相关系数分别为0.999 5、0.999 6和

表2 超声时间对芝麻素、芝麻林素和细辛素检测结果的影响

超声时间/min	芝麻素含量/(mg/g)	芝麻林素含量/(mg/g)	细辛素含量/(mg/g)
2	2.88 ± 0.01 ^a	0.68 ± 0.00 ^a	0.47 ± 0.01 ^a
6	2.88 ± 0.02 ^a	0.67 ± 0.01 ^a	0.45 ± 0.00 ^a
10	2.88 ± 0.01 ^a	0.67 ± 0.00 ^a	0.45 ± 0.00 ^a
14	2.88 ± 0.01 ^a	0.67 ± 0.00 ^a	0.47 ± 0.01 ^a

2.2 检测方法的考察

2.2.1 标准曲线、线性范围和检出限

将芝麻素、细辛素和芝麻林素单个标准溶液进行HPLC分析,结果表明,芝麻素、细辛素和芝麻林素的出峰时间分别为8.56、9.70、11.00 min。再将配制好的标准工作液空白以及处理好的样品进行HPLC分析,得到色谱图如图1所示。

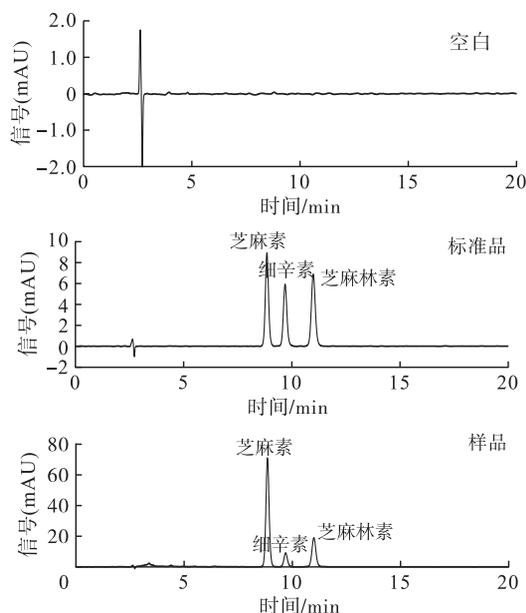


图1 HPLC谱图

由图1可以看出,芝麻素、芝麻林素和细辛素样品与标准品有相同的滞留时间,且色谱峰杂峰少、峰型良好、分离度良好,因此可确认样品具有芝麻素、芝麻林素和细辛素。

以峰面积(y)为纵坐标,对应质量浓度(x)为横坐标绘制标准曲线,根据信噪比确定检出限(LOD)($S/N = 3$)以及定量限(LOQ)($S/N = 10$),结果如表3所示。

0.999 2,表明芝麻素、芝麻林素、细辛素分别在4 ~ 100 mg/L、4 ~ 100 mg/L和1 ~ 40 mg/L的范围

内线性良好。芝麻素、芝麻林素和细辛素的检出限和定量限分别为 0.03、0.02、0.02 mg/g 和 0.06、0.06、0.04 mg/g。检测结果若小于检出限则记录“未检出(ND)”;若大于检出限但小于定量限则记录“检出”;若大于定量限则记录具体数值。

表4 芝麻素、芝麻林素和细辛素的加标回收率($n=3$)

时间	芝麻素			芝麻林素			细辛素		
	加标量/(mg/g)	回收率/%	RSD/%	加标量/(mg/g)	回收率/%	RSD/%	加标量/(mg/g)	回收率/%	RSD/%
第1天	1.40	91.96	0.94	0.40	94.38	2.26	0.18	107.60	1.82
	3.00	91.82	0.81	0.60	94.60	0.22	0.36	99.48	2.52
	4.00	92.59	0.87	0.80	97.46	1.65	0.73	96.78	3.86
第2天	1.40	88.86	0.35	0.40	92.89	2.70	0.18	104.60	1.51
	3.00	92.35	0.77	0.60	95.44	2.77	0.36	102.20	3.51
	4.00	92.15	2.00	0.80	102.24	1.28	0.73	95.66	0.73
第3天	1.40	88.38	3.28	0.40	95.99	1.75	0.18	108.93	0.64
	3.00	87.17	3.52	0.60	94.68	2.28	0.36	101.31	1.53
	4.00	88.18	1.26	0.80	92.71	0.91	0.73	95.86	1.29

由表4可知:连续3d芝麻素的回收率为87.17%~92.59%,芝麻林素的回收率为92.71%~102.24%,细辛素的回收率为95.66%~108.93%;相对标准偏差(RSD)均小于5%,符合加标水平大于1mg/kg加标回收率为80%~110%的规范,说明本方法具有良好的准确性。

2.2.3 精密度

取同一样品,按1.2.3方法进行处理,按1.2.4方法进行测定,重复分析6次,并重复进行3d,重复分析6次,计算相对标准偏差(RSD),结果如表5、表6所示。

表5 芝麻素、芝麻林素和细辛素日内精密度试验结果($n=6$)

组分	不同测定次数的结果/(mg/g)							RSD/%
	1	2	3	4	5	6	平均值	
芝麻素	2.48	2.53	2.52	2.49	2.51	2.49	2.50	0.72
芝麻林素	0.65	0.65	0.65	0.67	0.65	0.64	0.65	1.50
细辛素	0.47	0.47	0.48	0.49	0.47	0.48	0.48	1.35

由表5、表6可以看出,芝麻素、芝麻林素和细辛素的日内精密度(RSD)分别为0.72%、1.50%和1.35%,日间精密度(RSD)分别为0.53%、1.69%和1.16%,RSD均小于2%。检测范围落在品质范围内,可信度佳,说明本方法对芝麻油中芝麻素、芝

表7 不同人员对比试验结果

时间	芝麻素含量/(mg/g)			芝麻林素含量/(mg/g)			细辛素含量/(mg/g)		
	人员1	人员2	RSD/%	人员1	人员2	RSD/%	人员1	人员2	RSD/%
第1天	2.47±0.02	2.50±0.02	1.10	0.65±0.00	0.65±0.01	0.51	0.46±0.01	0.48±0.01	2.35
第2天	2.47±0.01	2.51±0.01	1.35	0.65±0.02	0.66±0.01	1.68	0.46±0.00	0.48±0.01	3.50
第3天	2.48±0.01	2.51±0.01	1.21	0.65±0.01	0.65±0.01	0.94	0.47±0.00	0.48±0.00	2.05

2.2.2 加标回收率

向已知木脂素含量的芝麻油中分别加入低、中、高3个浓度的木脂素标准品溶液,按照1.2.3方法进行处理,按1.2.4方法进行测定。每个加标水平重复3次,并重复进行3d,计算相应的加标回收率,结果如表4所示。

麻林素和细辛素含量的分析具有良好的精密度和重复性。

表6 芝麻素、芝麻林素和细辛素日间精密度试验结果($n=6$)

组分	不同时间的测定结果/(mg/g)				RSD/%
	第1天	第2天	第3天	平均值	
芝麻素	2.50±0.02	2.51±0.01	2.51±0.01	2.51	0.53
芝麻林素	0.65±0.01	0.66±0.01	0.65±0.01	0.66	1.69
细辛素	0.48±0.01	0.48±0.01	0.48±0.00	0.48	1.16

2.2.4 不同人员间对比

为了进一步验证方法的稳定性,对同一芝麻油的木脂素含量进行了人员对比分析。重复分析6次,并连续进行3d,结果如表7所示。由表7可知,不同人员对同一样品的芝麻素、芝麻林素和细辛素检测结果的相对标准偏差小,芝麻素的相对标准偏差为1.10%~1.35%,芝麻林素的相对标准偏差为0.51%~1.68%,细辛素的相对标准偏差为2.05%~3.50%,均不超过4%。进一步验证了方法的精确性。

2.2.5 与有资质的质检部门检测结果比对

有CNAS资质的质检部门检测芝麻木脂素所用方法为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》，而国标

方法仅检测芝麻素和芝麻林素两个组分。因此，将本方法检测芝麻素和芝麻林素的结果与有资质的质检部门检测结果进行比对，样品由本实验室提供，共提供5个芝麻油样品进行检测，结果如表8所示。

表8 实验室自检与有资质的质检部门结果对比

样品	芝麻素含量/(mg/g)		RSD/%	芝麻林素含量/(mg/g)		RSD/%
	质检部门	自测		质检部门	自测	
样品1	5.46	5.88	7.41	2.26	2.18	3.60
样品2	5.59	5.59	0.00	2.94	2.74	7.04
样品3	6.29	6.28	0.16	3.06	2.87	6.41
样品4	5.71	5.96	4.28	3.26	3.15	3.43
样品5	4.85	5.04	3.84	1.70	1.63	4.20

由表8可知，两方法对芝麻素检测结果的相对标准偏差为0.00%~7.41%，对芝麻林素检测结果的相对标准偏差为3.43%~7.04%，均小于10%。因此，该检测结果再现性良好。

2.3 芝麻油样品测定

采用本方法检测购自本地超市的各芝麻油样品中木脂素的含量，结果如表9所示。

表9 不同芝麻油样品中芝麻素、芝麻林素和细辛素的含量(n=3) mg/g

样品	芝麻素	芝麻林素	细辛素
S1	5.59 ± 0.03	2.74 ± 0.02	ND
S2	5.96 ± 0.01	3.15 ± 0.01	ND
S3	6.28 ± 0.04	2.87 ± 0.02	ND
S4	5.04 ± 0.01	1.75 ± 0.03	ND
S5	5.64 ± 0.02	2.16 ± 0.01	ND
S6	4.46 ± 0.01	1.94 ± 0.01	ND
S7	6.17 ± 0.30	2.66 ± 0.14	ND
S8	6.00 ± 0.00	2.59 ± 0.00	ND
S9	2.70 ± 0.03	0.97 ± 0.00	ND
S10	5.55 ± 0.02	2.09 ± 0.00	ND
S11	5.04 ± 0.01	1.55 ± 0.01	0.15 ± 0.00
S12	5.04 ± 0.03	1.63 ± 0.01	0.15 ± 0.01
S13	5.67 ± 0.02	2.42 ± 0.00	ND
S14	2.83 ± 0.01	1.21 ± 0.01	0.46 ± 0.01
S15	3.88 ± 0.00	1.42 ± 0.00	0.36 ± 0.01
S16	3.74 ± 0.00	1.37 ± 0.01	0.32 ± 0.01
S17	5.88 ± 0.01	2.18 ± 0.02	ND

由表9可知，各芝麻油样品中均检测到芝麻素和芝麻林素，且芝麻素含量均大于芝麻林素含量。样品中芝麻素含量范围为2.70~6.28 mg/g；芝麻林素含量范围为0.97~3.15 mg/g；细辛素含量范围为ND~0.46 mg/g。芝麻素和芝麻林素是芝麻籽粒本身就存在的两种木脂素，其含量与芝麻品种、产地以及芝麻油的加工工艺有关^[23-25]。细辛素为芝

麻油加工过程中转化而成，芝麻油加工过程中经过高温炒籽、磷酸水化脱胶和活性白土吸附脱色等工序可能使芝麻素异构化形成细辛素^[4]。因此，样品中各木脂素含量不同，与芝麻的来源和芝麻油的加工工艺有关。

2.4 本方法与国标方法的差异

本研究方法与国标方法(GB/T 31579—2015)的差异见表10。

表10 本研究方法与国标方法的比较

项目	GB/T 31579—2015	本研究方法
目标物	芝麻素、芝麻林素	芝麻素、芝麻林素、细辛素
前处理方法	固相萃取	液液萃取
试剂	甲醇, 异丙醇, 正己烷, 环己烷, 丙酮, 三氯甲烷	甲醇
耗材	氨基固相萃取柱, 硅胶固相萃取柱	无
使用试剂体积/mL	52	10
前处理时间/h	1~1.5	0.5

由表10可见：本研究方法检测组分比国标方法多；且样品前处理方法的原理与国标方法不同，国标方法是利用氨基固相萃取柱和硅胶固相萃取柱串联对目标物进行萃取、净化和富集，样液流过固相萃取柱时木脂素被吸附，甘油三酯等干扰物质流出，再将木脂素洗脱下来从而达到分离净化的目的，而本研究方法以甲醇为提取溶剂，利用木脂素在甲醇与油脂中溶解度的不同进行提取；本研究方法所用试剂、耗材的种类和数量比国标方法少，大大降低了检测成本，且本研究方法前处理耗时短。

3 结论

本文优化了甲醇提取芝麻油中芝麻素、芝麻林

素和细辛素的条件,经方法学验证,芝麻素、芝麻林素和细辛素线性关系良好,相关系数分别为 0.999 5、0.999 6 和 0.999 2。本方法重复性好、精密度高,加标回收率在 87.17% ~ 108.93% 之间。本方法可分析芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素,且操作简单、耗时短、检测成本低,可应用在快速、准确定性和定量芝麻油中芝麻素、芝麻林素和细辛素含量的检测分析。

参考文献:

- [1] 黄纪念,宋国辉,孙强. 芝麻和芝麻油的抗氧化活性[J]. 中国食物与营养,2009,113(2):26-28.
- [2] 李媛,谢岩黎,张伶俐. 芝麻油贮藏期内木脂素含量及清除自由基的变化研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版),2016,172(4):69-73.
- [3] 冯志勇,谷克仁. 芝麻中木脂素的组成、结构及其生理功能[J]. 中国油脂,2004,29(7):56-59.
- [4] 刘玉兰,刘瑞花,张振山,等. 芝麻油生产工艺对细辛素形成的影响[J]. 中国粮油学报,2016,31(1):65-69.
- [5] LI C Y, CHOW T J, WU T S. The epimerization of sesamin and asarinin[J]. J Nat Prod, 2005, 68(11):1622-1624.
- [6] HARMATHA J, DINAN L. Biological activities of lignans and stilbenoids associated with plant-insect chemical interactions[J]. Phytochem Rev, 2003, 2(3):321-330.
- [7] SHI L K, LIU R J, JIN Q Z, et al. The contents of lignans in sesame seeds and commercial sesame oils of China[J]. J Am Oil Chem Soc, 2017, 94(8):1035-1044.
- [8] RANGKADILOK N, PHOLPHANA N, MAHIDOL C, et al. Variation of sesamin, sesamol and tocopherols in sesame (*Sesamum indicum* L.) seeds and oil products in Thailand[J]. Food Chem, 2010, 122(3):724-730.
- [9] 卢跃鹏,胡筱静,汪芳芳,等. 高效液相色谱法同时测定芝麻油中芝麻素和芝麻林素含量[J]. 食品科技,2013, 38(5):297-299.
- [10] 闫苍,郝征红,刘莹,等. 高效液相色谱法同时测定芝麻制品中木脂素及生育酚含量的研究[J]. 中国油脂, 2020, 45(6):126-131.
- [11] SHI L K, ZHENG L, XIANG Y F, et al. A rapid method for simultaneous analysis of lignan and γ -tocopherol in sesame oil by using normal-phase liquid chromatography[J]. J Am Oil Chem Soc, 2018, 95(1):13-19.
- [12] MOAZZAMI A A, HAESE S L, KAMALELDIN A. Lignan contents in sesame seeds and products[J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2007, 109(10):1022-1027.
- [13] KAMAL-ELDIN A, YOUSIF G, APPELQVIST L. Thin-layer chromatographic separations of seed oil unsaponifiables from four *Sesamum* species[J]. J Am Oil Chem Soc, 1991, 68(11):844-847.
- [14] TASHIRO T, FUKUDA Y, OSAWA T, et al. Oil and minor components of sesame (*Sesamum indicum* L.) strains[J]. J Am Oil Chem Soc, 1990, 67(8):508-511.
- [15] 刘立业. 芝麻素纯化物的 GC-MS 分析[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(20):12562, 12616.
- [16] 肖伟敏,王奇,董珊,等. UPLC-MS/MS 法测定食品中的 4 种木酚素[J]. 食品工业, 2020, 283(4):294-298.
- [17] SCHWERTNER H A, RIOS D C. Analysis of sesamin, asarinin, and sesamol by HPLC with photodiode and fluorescent detection and by GC/MS application to sesame oil and serum samples[J]. J Am Oil Chem Soc, 2012, 89(11):1943-1950.
- [18] 陈凤香,曹文明,袁超,等. SPE-HPLC 法同时测定芝麻油中 3 种芝麻木脂素的研究[J]. 农业机械, 2012(18):37-41.
- [19] 李丹丹,曾晓雄. 高效液相色谱法测定芝麻油中木酚素的含量[J]. 湖北农业科学, 2011, 50(4):821-824.
- [20] WU L X, YU L, DING X X, et al. Magnetic solid-phase extraction based on graphene oxide for the determination of lignans in sesame oil[J]. Food Chem, 2017, 217:320-325.
- [21] JEON H, KIM I, LEE C, et al. Discrimination of origin of sesame oils using fatty acid and lignan profiles in combination with canonical discriminant analysis[J]. J Am Oil Chem Soc, 2013, 90(3):337-347.
- [22] 许荣年,任一平,秦志荣,等. 芝麻油中芝麻素、芝麻林素的研究[J]. 食品科学, 2006, 27(9):208-210.
- [23] MOAZZAMI A A, KAMAL-ELDIN A. Sesame seed is a rich source of dietary lignans[J]. J Am Oil Chem Soc, 2006, 83(8):719-723.
- [24] WANG L H, ZHANG Y X, LI P W, et al. HPLC analysis of seed sesamin and sesamol variation in a sesame germplasm collection in China[J]. J Am Oil Chem Soc, 2012, 89(6):1011-1020.
- [25] 刘玉兰,陈刘杨,汪学德,等. 芝麻品种和制油工艺对芝麻油品质的影响[J]. 中国油脂, 2010, 35(2):6-10.