

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

闫 苍,郝征红,刘 莹,赵德川,邹文皓,王明辉

(山东农业工程学院 食品科学与工程学院,济南 250100)

摘要:建立了高效液相色谱法同时测定芝麻制品中3种木脂素及生育酚含量的研究方法。以市售芝麻油和黑、白芝麻酱为原料,优化了超声波前处理条件,样品经超声波辅助甲醇萃取后,利用Symmetry C18色谱分离柱,以甲醇-水为流动相进行梯度洗脱。结果表明:超声波前处理最佳条件为超声波功率320 W、料液比1:120(芝麻油)、料液比1:80(芝麻酱)、超声时间20 min;3种木脂素和生育酚平均回收率在88.5%~108.4%之间,精密度在2.4%~4.8%之间,检出限为0.43~0.98 mg/kg,定量限为1.33~2.84 mg/kg,木脂素及生育酚类化合物分离效果好。

关键词:芝麻油;芝麻酱;高效液相色谱;木脂素;生育酚

中图分类号:TS207.3;O657.7+2 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)06-0126-06

Simultaneous determination of lignans and tocopherols in sesame products by high performance liquid chromatography

YAN Cang, HAO Zhenghong, LIU Ying, ZHAO Dechuan,
ZOU Wenhao, WANG Minghui

(School of Food Science and Engineering, Shandong Agriculture and Engineering University, Jinan 250100, China)

Abstract: A method for simultaneous determination of three kinds of lignans and tocopherols in sesame products by high performance liquid chromatography was established. Sesame oil and black- and white- sesame paste were used as raw materials to optimize the ultrasound pretreatment conditions. The samples were extracted by ultrasonic assisted methanol. The gradient elution was carried out using Symmetry C18 column and methanol-water as mobile phase. The results showed that the optimal ultrasound pretreatment conditions were obtained as follows: ultrasonic power 320 W, ratio of material to liquid 1:120 (sesame oil), ratio of material to liquid 1:80 (sesame paste) and ultrasonic time 20 min. The average recovery, precision, detection limit and quantitation limit of lignans and tocopherols were 88.5% - 108.4%, 2.4% - 4.8%, 0.43 - 0.98 mg/kg and 1.33 - 2.84 mg/kg respectively. The separation effect of lignans and tocopherols was good.

Key words: sesame oil; sesame paste; high performance liquid chromatography; lignans; tocopherol

芝麻是一种古老的油料作物,在我国有着上千年的种植历史,作为芝麻生产大国,我国的芝麻主要

用于榨油和制作芝麻酱。芝麻具有很高的营养价值及生理活性功能,木脂素和生育酚等作为芝麻中重要的抗氧化活性物质而备受食品消费市场的青睐^[1]。芝麻制品中的木脂素及生育酚的含量不仅是评价芝麻制品品质的重要指标,也是培育优良芝麻品种的重要判定依据^[2]。

根据文献报道,检测芝麻及其制品中的木脂素

收稿日期:2019-08-26;修回日期:2020-02-09

基金项目:山东省农业重大应用技术创新项目(SD2019ZZ024)

作者简介:闫 苍(1996),男,本科,专业为食品质量与安全(E-mail)yancang96@163.com。

通信作者:郝征红,教授(E-mail)246176607@qq.com。

及生育酚的方法有薄层色谱法(TLC)^[3]、高效液相色谱法(HPLC)^[4],检测油脂中生育酚的方法主要有高效液相色谱法(HPLC)^[5]、超临界流体色谱法(SFC)^[6],对样品的预处理方法有皂化法^[4]、超声波提取法^[7]、固相萃取法^[8]等。目前现有方法及国家标准多为木脂素及生育酚类化合物的单项检测^[4]。本文在已有研究的基础上,优化了超声波提取条件,建立了对芝麻酚、芝麻素、芝麻林素及生育酚等多组分同时检测的HPLC方法,并对市售不同工艺条件的芝麻油和黑、白芝麻酱中木脂素及生育酚含量进行分析,为芝麻油及芝麻酱生产工艺的改良提供一定的理论依据。

1 材料与方 法

1.1 实验材料

市售压榨和水代工艺芝麻油(产地山东、上海等地)、白芝麻酱(产地河北涿州市)、黑芝麻酱(产地河北廊坊市)。芝麻素标准品(上海安谱实验科技有限公司),芝麻林素、芝麻酚标准品(成都德思特生物技术有限公司), α -生育酚标准品(上海安谱实验科技有限公司), β -生育酚标准品(加拿大TRC研究化学公司), γ -生育酚标准品(德国Alta科技有限公司), δ -生育酚标准品(上海安谱实验科技有限公司)。

Waters1525 高效液相色谱仪、Symmetry C18 色谱柱(美国 Waters 科技制造有限公司),超声微波联合反应系统(南京先欧仪器制造有限公司),匀浆仪(德国 IKA 实验仪器有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理

1.2.1.1 匀浆法

准确称取 1 g 芝麻酱样品放入 100 mL 烧杯中,加入 80 mL 甲醇,用匀浆仪在中高速档位条件下匀浆 3~4 min,使其均匀混合,匀浆完成后,离心定容,待 HPLC 分析。

1.2.1.2 超声波辅助甲醇萃取法

准确称取 0.6 g 芝麻油样品,加入 72 mL 甲醇,料液比 1:120;准确称取 1 g 芝麻酱样品,加入 80 mL 甲醇,料液比 1:80。将溶解的芝麻油和芝麻酱样品分别置于超声反应系统中,条件为超声波功率 320 W、超声时间 20 min、转速 240 r/min、温度 30℃,然后静置冷却至室温,离心定容,待 HPLC 分析。

1.2.2 标准溶液的配制

准确称取 5 mg 芝麻酚、10 mg 芝麻素和 20 mg 芝麻林素标准品,分别加入甲醇溶解并定容至 50 mL,分别配成 100 μ g/mL 芝麻酚、200 μ g/mL 芝

麻素和 400 μ g/mL 芝麻林素标准溶液。准确称取 1 mg α -生育酚、1 mg β -生育酚、2.5 mg γ -生育酚、2 mg δ -生育酚标准品,分别加入甲醇溶解并定容至 10 mL,配成 100 μ g/mL α -生育酚、100 μ g/mL β -生育酚、250 μ g/mL γ -生育酚、200 μ g/mL δ -生育酚标准溶液。置于 -18℃ 环境下储藏,待 HPLC 测定。

1.2.3 色谱条件

色谱柱为 Symmetry C18 柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m); Waters C18 保护柱; Waters 2489 紫外检测器,检测波长 290 nm;流动相为甲醇(A)-水(B);柱温 35℃;流速 1.0 mL/min;进样量 10 μ L。梯度洗脱程序:时间梯度为 0 min \rightarrow 5 min \rightarrow 6 min \rightarrow 14 min \rightarrow 16 min \rightarrow 31 min \rightarrow 32 min \rightarrow 33 min,相应流动相浓度梯度为 0% A \rightarrow 60% A \rightarrow 75% A \rightarrow 75% A \rightarrow 100% A \rightarrow 100% A \rightarrow 60% A \rightarrow 60% A。

1.2.4 方法学验证

1.2.4.1 线性关系实验

将上述配制的木脂素及生育酚类化合物标准溶液稀释为不同质量浓度,各取 10 μ L 按照 1.2.3 色谱条件测定各组分的峰面积。以标准品质量浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标拟合线性回归方程。

1.2.4.2 回收率测定

向已知木脂素及生育酚含量的样品中,添加样品中木脂素及生育酚含量 0.8~1.5 倍的标准品,按 1.2.3 色谱条件测定,计算回收率。

1.2.4.3 精密度测定

分别取芝麻油和芝麻酱样品进行 5 次平行实验,计算木脂素及生育酚类化合物的相对标准偏差。

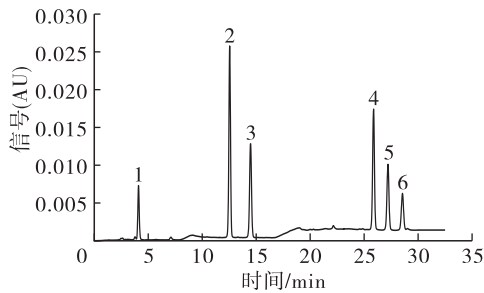
2 结果与讨论

2.1 色谱条件优化

由于芝麻酚等木脂素与生育酚类化合物的极性不同,为使芝麻酚、芝麻素、芝麻林素 3 种木脂素和生育酚类化合物能够有效分离,选择甲醇(A)-水(B)为流动相,通过不断调整两者的比例使得木脂素和生育酚类化合物达到理想的分离效果,故采用梯度洗脱的方式。在 4 min 时,甲醇和水比例为 60:40,芝麻酚能够有效分离,进一步增加甲醇比例(体积分数 75%)使芝麻素和芝麻林素快速分离,当甲醇体积分数达到 95% 以上时, α -生育酚、 δ -生育酚、 γ -生育酚(β -生育酚)能有效分离。将 7 种木脂素与生育酚标准溶液混合,取 10 μ L 按照 1.2.3 色谱条件进行 HPLC 分析测定,结果见图 1。

从图 1 可以看出,检测可在 33 min 内完成,可

以实现对木脂素和生育酚类化合物的定性定量分析。梁少华等^[9]研究发现,白芝麻及其油脂中未检出 β -生育酚。李桂华等^[10]研究发现,黑芝麻及其油脂中未检出 β -生育酚。因此,本文使用的 C18 色谱柱虽然未能分离 γ -生育酚和 β -生育酚,但芝麻制品 γ -生育酚峰中应不包含或极少包含 β -生育酚峰,所以不影响检测数据。



注:1. 芝麻酚;2. 芝麻素;3. 芝麻林素;4. δ -生育酚;5. γ -生育酚 + β -生育酚;6. α -生育酚。

图1 木脂素和生育酚类化合物标准品的 HPLC 图谱

2.2 不同前处理方法的比较

将待测的白芝麻酱样品分别采用匀浆法和超声波辅助甲醇萃取法两种前处理方法进行处理,然后 HPLC 分析木脂素和生育酚含量,结果见图 2。

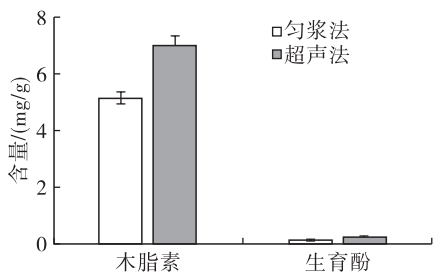


图2 不同前处理方法测定木脂素及生育酚含量比较

由图 2 可知,采用超声波辅助甲醇萃取前处理的木脂素及生育酚含量均高于匀浆前处理。并且待测样品采用超声波方法提取后,经测定,HPLC 图谱杂峰较少。因此,采用超声波辅助甲醇萃取法对样品进行前处理。

2.3 芝麻油超声波前处理条件的优化

2.3.1 单因素实验

2.3.1.1 超声波功率的影响

在料液比 1:90、超声时间 20 min 的条件下,考察不同超声波功率对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图 3。

从图 3 可以看出,随着超声波功率的增加,木脂素及生育酚总含量呈上升趋势,当超声波功率超过 320 W 之后,总含量开始下降。因此,超声波功率为 320 W 时提取效果最佳。

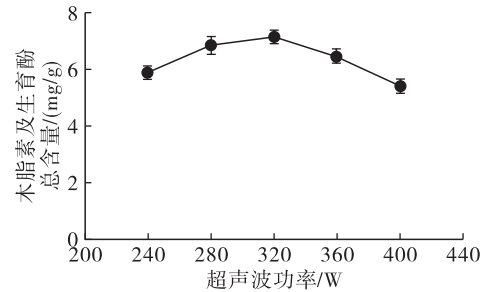


图3 超声波功率对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响

2.3.1.2 料液比的影响

在超声波功率 320 W、超声时间 20 min 的条件下,考察不同料液比对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图 4。

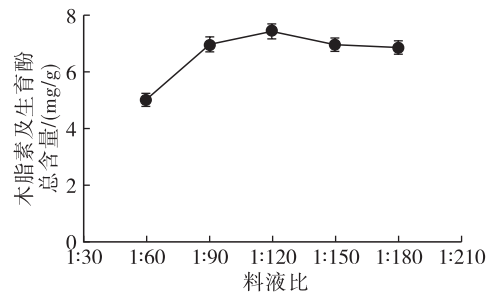


图4 料液比对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响

从图 4 可以看出,随着料液比的增加,木脂素及生育酚总含量逐渐增加,在料液比超过 1:120 之后,总含量趋于稳定。因此,料液比为 1:120 时提取效果最佳。

2.3.1.3 超声时间的影响

在超声波功率 320 W、料液比 1:120 条件下,考察不同超声时间对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图 5。

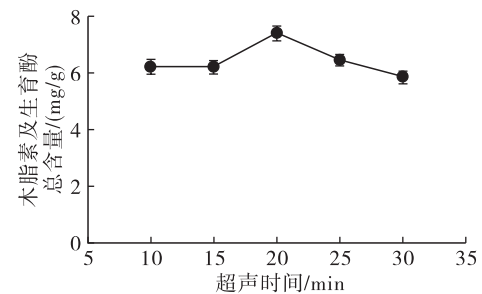


图5 超声时间对芝麻油中木脂素及生育酚提取的影响

从图 5 可以看出,超声时间延长至 15 min 后,木脂素及生育酚总含量增加趋势明显,20 min 后芝麻油中木脂素及生育酚总含量呈下降趋势。因此,超声时间为 20 min 时提取效果最佳。

2.3.2 正交实验

根据单因素实验结果,以超声时间、料液比、超声波功率为因素,以生育酚及木脂素总含量为评价指标,设计正交实验优化芝麻油超声波前处理条件。

正交实验设计及结果见表1。

表1 芝麻油超声波前处理正交实验设计及结果

实验号	超声波功率/W	料液比	超声时间/min	木脂素及生育酚总含量/(mg/g)
1	280	1:90	15	6.54
2	280	1:120	20	7.12
3	280	1:150	25	6.89
4	320	1:120	20	7.40
5	320	1:90	25	7.16
6	320	1:150	15	6.65
7	360	1:150	15	6.78
8	360	1:90	25	6.21
9	360	1:120	20	6.67
k_1	6.85	6.64	6.66	
k_2	7.07	7.06	7.06	
k_3	6.55	6.77	6.75	
R	0.52	0.42	0.40	

由表1可知:影响超声波提取的主要因素顺序为超声波功率>料液比>超声时间。确定超声波功率320 W、料液比1:120、超声时间20 min为芝麻油样品超声波前处理的最佳条件。

2.4 芝麻酱超声波前处理条件的优化

2.4.1 单因素实验

2.4.1.1 超声波功率的影响

在料液比1:80、超声时间20 min的条件下,考察不同超声波功率对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图6。

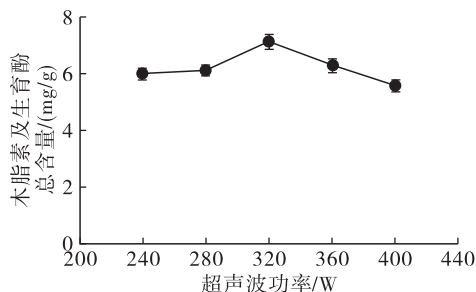


图6 超声波功率对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响

从图6可以看出,随着超声波功率增加,木脂素及生育酚总含量也随之增加,但超过320 W后,木脂素及生育酚总含量下降趋势明显。因此,超声波功率为320 W时提取效果最佳。

2.4.1.2 料液比的影响

在超声波功率320 W、超声时间20 min的条件下,考察不同料液比对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图7。

从图7可以看出,随着料液比的增加,木脂素及生育酚总含量增加趋势明显,当料液比达到1:80后,木脂素及生育酚总含量略有下降且趋于稳定。因此,料液比为1:80时提取效果最佳。

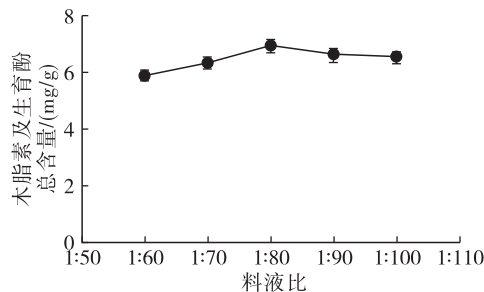


图7 料液比对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响

2.4.1.3 超声时间的影响

在料液比1:80、超声波功率320 W的条件下,考察超声时间对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响,结果见图8。

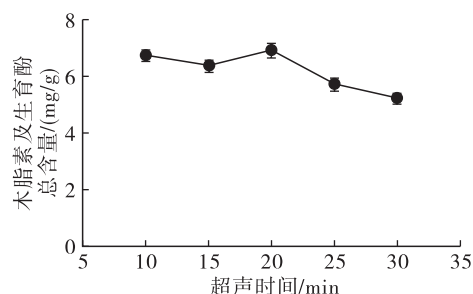


图8 超声时间对芝麻酱中木脂素及生育酚提取的影响

从图8可以看出,随着超声时间的延长,木脂素及生育酚总含量略有起伏,在超声时间20 min时木脂素及生育酚总含量达到最大值,20 min后木脂素及生育酚总含量下降趋势明显。因此,超声时间为20 min时提取效果最佳。

2.4.2 正交实验

根据单因素实验结果,以超声时间、料液比、超声波功率为因素,以生育酚及木脂素总含量为评价指标,设计正交实验优化芝麻酱中木脂素及生育酚的提取。芝麻酱超声波前处理正交实验设计及结果见表2。

表2 芝麻酱超声波前处理正交实验设计及结果

实验号	超声波功率/W	料液比	超声时间/min	木脂素及生育酚总含量/(mg/g)
1	280	1:90	15	6.04
2	280	1:70	20	5.98
3	280	1:80	25	6.21
4	320	1:80	20	6.99
5	320	1:70	25	6.02
6	320	1:90	15	6.47
7	360	1:70	15	6.48
8	360	1:80	25	6.32
9	360	1:90	20	6.39
k_1	6.08	6.30	6.33	
k_2	6.16	6.16	6.45	
k_3	6.40	6.51	6.18	
R	0.41	0.35	0.27	

由表2可知,影响超声波提取的主要因素顺序为超声波功率>料液比>超声时间。确定超声波功率320 W、料液比1:80、超声时间20 min为芝麻酱超声波前处理的最佳条件。

表3 木脂素和生育酚类化合物的线性回归方程、相关系数、检出限和定量限

化合物	线性回归方程	相关系数	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
芝麻酚	$y = 10\ 329x + 3\ 051.5$	0.996 2	0.5 ~ 50	0.67	2.12
芝麻素	$y = 13\ 637x + 6\ 368.8$	0.997 4	5 ~ 200	0.56	1.72
芝麻林素	$y = 9\ 576.7x + 15\ 125$	0.996 9	1 ~ 100	0.43	1.33
α -生育酚	$y = 3\ 822.76x - 5\ 087.6$	0.999 2	0.5 ~ 5	0.98	2.84
γ -生育酚	$y = 4\ 104.6x - 2\ 869.3$	0.998 7	0.5 ~ 5	0.86	2.56
δ -生育酚	$y = 3\ 869.7x - 1\ 292.8$	0.992 9	0.5 ~ 5	0.54	1.81

由表3可知,芝麻酚、芝麻素、芝麻林素、 α -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚线性回归方程的相关系数均大于0.99,线性关系良好。检出限和定量限以向空白样品中逐级降低加标浓度的方法来确定,以标准溶液的色谱响应值计算,当信噪比(S/N)为3时,木脂素类化合物的检出限为0.43~0.67 mg/kg ,生育酚类化合物的检出限为0.54~0.98 mg/kg 。当信噪比(S/N)为10时,木脂素类化合物

2.5 方法的标准曲线、检出限、定量限

芝麻酚、芝麻素、芝麻林素、 α -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚的线性回归方程、相关系数、线性范围、检出限和定量限见表3。

的定量限为1.33~2.12 mg/kg ,生育酚类化合物的定量限为1.81~2.84 mg/kg 。

2.6 回收率

取已知木脂素及生育酚含量的芝麻油和黑芝麻酱样品,向芝麻油样品中加入已知量的芝麻酚、芝麻素、芝麻林素、 γ -生育酚标准品,向黑芝麻酱样品中加入已知量的 δ -生育酚、 α -生育酚标准品,进行回收率实验,结果见表4。

表4 回收率实验结果

化合物	加标量/ mg	回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
		1	2	3		
芝麻酚	0.3	109.6	108.4	107.3	108.4	0.84
芝麻素	3.5	107.6	106.9	105.2	106.6	1.16
芝麻林素	2.0	95.1	99.8	96.9	97.3	2.43
γ -生育酚	0.4	88.2	89.7	87.6	88.5	1.22
α -生育酚	0.3	107.3	106.6	105.7	106.5	0.75
δ -生育酚	0.012	106.6	102.8	103.9	104.4	1.87

根据表4结果可知,3种木脂素类化合物及 γ -生育酚、 α -生育酚、 δ -生育酚的平均加标回收率在88.5%~108.4%之间,加标回收率结果良好。

2.7 精密度

取某一芝麻油和黑芝麻酱样品,采用优化的条

件对其进行超声波前处理后,按照1.2.3色谱条件进行测定,同时进行平行实验($n=5$)。测定3种木脂素和3种生育酚类化合物含量并计算RSD,结果见表5。

表5 精密度实验结果

样品	芝麻酚		芝麻素		芝麻林素		α -生育酚		γ -生育酚		δ -生育酚	
	平均值/ (mg/g)	RSD/ %	平均值/ (mg/g)	RSD/ %	平均值/ (mg/g)	RSD/ %	平均值/ (mg/g)	RSD/ %	平均值/ (mg/g)	RSD/ %	平均值/ (mg/g)	RSD/ %
芝麻油	0.45	4.7	5.30	3.6	4.22	3.0	-	-	0.41	2.4	-	-
黑芝麻酱	0.49	3.1	2.80	2.6	1.58	2.8	0.32	4.8	-	-	0.012	4.7

由表5可知,3种木脂素类化合物和3种生育酚类化合物RSD小于等于4.8%,表明该分析方法精密度良好,准确度高。

2.8 样品测定

分别选取了市面在售的压榨和水代工艺条件下

的芝麻油样品、1种芝麻调和油样品、1种白芝麻酱和1种黑芝麻酱样品,采用优化的超声波工艺对其进行前处理后,按照1.2.3色谱条件测定其中的木脂素及生育酚含量,结果见表6。

由表6可知,芝麻油及芝麻酱中均含有丰富的

木脂素及生育酚类化合物。5种芝麻油样品中,芝麻素占木脂素总量的51%~65%,芝麻林素占木脂素总量的31%~45%,芝麻酚含量较少,测定结果与李丹丹等^[11]的一致。黑芝麻酱中芝麻素含量低于白芝麻酱,与叶子晨等^[12]的研究结果一致。在生

育酚含量方面,芝麻油中生育酚主要以 γ -生育酚为主,白芝麻酱中生育酚主要以 γ -生育酚为主,而黑芝麻酱中生育酚主要以 α -生育酚为主,与梁少华^[9]、李桂华^[10]等的研究结果一致。

表6 市售芝麻油及芝麻酱的木脂素及生育酚含量

样品	mg/g							
	芝麻酚	芝麻素	芝麻林素	木脂素总量	δ -生育酚	γ -生育酚	α -生育酚	生育酚总量
芝麻油 1号(压榨)	0.25 ± 0.03	5.13 ± 0.10	2.46 ± 0.11	7.84 ± 0.24	-	0.39 ± 0.04	-	0.39 ± 0.04
芝麻油 2号(压榨)	0.31 ± 0.06	3.68 ± 0.15	3.27 ± 0.12	7.26 ± 0.33	-	0.35 ± 0.06	-	0.35 ± 0.06
芝麻油 3号(水代)	0.46 ± 0.04	6.05 ± 0.23	3.48 ± 0.14	9.99 ± 0.37	-	0.50 ± 0.08	-	0.50 ± 0.08
芝麻油 4号(水代)	0.48 ± 0.08	5.68 ± 0.14	4.48 ± 0.15	10.64 ± 0.30	-	0.43 ± 0.04	-	0.43 ± 0.04
芝麻油 5号(水代)	0.35 ± 0.06	4.71 ± 0.21	2.80 ± 0.16	7.86 ± 0.38	-	0.41 ± 0.02	-	0.41 ± 0.02
芝麻 调和油	0.005 ± 0.002	1.10 ± 0.08	0.79 ± 0.04	1.90 ± 0.12	-	0.47 ± 0.03	0.011 ± 0.002	0.48 ± 0.03
白芝麻酱	1.75 ± 0.15	3.83 ± 0.14	1.42 ± 0.08	7.01 ± 0.30	-	0.21 ± 0.03	-	0.21 ± 0.03
黑芝麻酱	0.48 ± 0.02	2.80 ± 0.11	1.58 ± 0.07	4.86 ± 0.20	0.012 ± 0.001	-	0.32 ± 0.06	0.33 ± 0.06

注:“-”表示含量小于等于 10^{-3} mg/g。

3 结论

本文选用超声波辅助甲醇萃取法对芝麻油和芝麻酱进行前处理,并且优化了超声波提取条件,建立了处理简单、准确度高、操作方便的样品前处理方法。利用Symmetry C18分离柱,以甲醇-水为流动相进行梯度洗脱,建立了同时分析测定芝麻油及芝麻酱中木脂素和生育酚的高效液相色谱法。该方法简单快捷,在33 min内可以同时完成对木脂素和生育酚的定性定量分析测定,并且峰形良好,分离度高,杂峰较少。3种木脂素类化合物和3种生育酚类化合物线性关系良好,标准曲线相关系数均大于0.99。3种木脂素类化合物和3种生育酚类化合物平均回收率在88.5%~108.4%之间,精密度在2.4%~4.8%之间,是一种准确度较高、简单快捷的分析检测方法。

参考文献:

- [1] 陈凤香,曹文明,曹国武,等. 芝麻木脂素研究进展[J]. 粮食与油脂,2012,25(6):1-6.
- [2] 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.
- [3] KAMAL-ELDIN A, YOUSIF G A. Thin-layer chromatographic separations of seed oil unsaponifiables from four sesamum species [J]. J Am Oil Chem Soc, 1991, 68(11):

844-847.

- [4] 黄纪念,宋国辉,孙强,等. HPLC测定芝麻油中木脂素类化合物含量研究[J]. 中国粮油学报,2011,26(1):120-123.
- [5] 刁全平,侯冬岩,回瑞华,等. 高效液相色谱法测定深海鱼油中维生素E的含量[J]. 鞍山师范学院学报,2012,14(4):42-44.
- [6] 李慧勇,席绍峰,谭建华,等. 超临界色谱法测定化妆品中生育酚及 α -生育酚乙酸酯[J]. 分析测试学报,2014,33(4):416-421.
- [7] 刘日斌,汪学德,胡华丽,等. 超声波辅助-HPLC测定芝麻油中木脂素含量[J]. 中国油脂,2014,39(2):86-88.
- [8] 陈燕舞,吴佳文. 高效液相色谱法测定植物油中维生素E的样品前处理方法比较[J]. 理化检验(化学分册),2016,52(8):928-931.
- [9] 梁少华,彭乐,王亚东,等. 白芝麻油脂理化特性及组成分析[J]. 农业机械学报,2012,43(11):174-179.
- [10] 李桂华,王瑞雪,王婷婷. 河南省黑芝麻及其油脂组成成分分析研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版),2008(5):10-13.
- [11] 李丹丹,曾晓雄. 高效液相色谱法测定芝麻油中木脂素的含量[J]. 湖北农业科学,2011,50(4):821-824.
- [12] 叶子晨,梁佳龙,刘雪英,等. 高效液相色谱法测定黑白芝麻中芝麻素含量[J]. 医药导报,2011,30(6):799-800.