

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1595—2008

芝麻中芝麻素含量的测定 高效液相色谱法

Determination of sesamin content—
High performance liquid chromatography

2008-05-16 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院油料作物研究所。

本标准主要起草人：李培武、张文、丁小霞、姜俊、汪雪芳、谢立华、陈小媚。

轻快PDF阅读器

芝麻中芝麻素含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定芝麻中芝麻素含量的方法。

本标准适用于芝麻中芝麻素含量的测定。

本方法芝麻素检出限为 0.2 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法(GB/T 6682—1992, eqv ISO 3696—1987)

3 原理

样品中芝麻素经 80%乙醇水溶液提取纯化,反相 C_{18} 柱分离后,在波长 290 nm 检测,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用符合国家标准的分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 甲醇,色谱纯。

4.2 乙醇,色谱纯。

4.3 80%乙醇水溶液(V/V)。

4.4 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标样储备液:准确称取 4.0 mg 芝麻素标样于 200 mL 容量瓶中,用 80%乙醇-水溶液(4.3)溶解定容。

4.5 流动相,甲醇+水(V+V)=80+20。

5 仪器和设备

5.1 分析天平,感量 0.000 1 g。

5.2 离心机,转速为 17 500 rpm/min,可控温 6℃。

5.3 组织捣碎机,转速为 15 000 rpm/min。

5.4 高效液相色谱仪,带紫外检测器和反相 C_{18} 柱。

5.5 0.45 μm 有机相滤膜。

6 分析步骤

6.1 试样制备

按 GB 5491 扦取样品。粉碎机粉碎,粉碎后样品过 $\phi 0.25\text{mm}$ 筛,备用。

6.2 提取

称取试样约 200 mg,置于 10 mL 离心管中,加入 5 mL 80%乙醇-水溶液,组织捣碎机 15 000 rpm/min 匀浆 30 s。在 6℃下 17 500 r/min 离心 5 min,取上清液于试管中;残渣中再加 5 mL 的

80%乙醇-水溶液提取,提取条件和步骤同上,合并两次上清液,混匀,经 0.45 μm 有机相滤膜过滤,滤液待液相色谱分析。

6.3 色谱分析

取芝麻素标准储备液(4.4),用 80%乙醇-水溶液(4.3)稀释至 1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL 标准使用液,连同样品依次进样,进行液相色谱检测,建立工作曲线。

色谱条件:流速 0.8 mL/min,进样量 10 μL,柱温为室温,检测器波长 290 nm。

7 结果计算

样品中芝麻素含量测定结果数值以克每千克表示(g/kg),按式(1)计算:

$$X = A \times \frac{V_1 \times D}{V_2} \times \frac{1\,000}{M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——样品中芝麻素含量的数值,单位为克每千克(g/kg);

A——将样品分析所得峰面积代入工作曲线,计算所得的进样体积样品中芝麻素含量的数值,单位为微克(μg);

V₁——加入流动相体积的数值,单位为毫升(mL);

V₂——进样体积的数值,单位为微升(μL);

D——样液的总稀释倍数;

M——样品质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留两位小数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

8.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 15%,以大于这两个测定值的算术平均值的 15%的情况不超过 5%为前提。