

# 芝麻饼粕中抗氧化成分的提取及其活性研究

董英, 高音

(江苏大学生物与环境工程学院, 江苏 镇江 212013)

**摘 要:** 研究了芝麻木脂素的提取工艺及其抗氧化性能。以料液比、浸提时间、温度、提取次数为考察因素, 采用单因素试验及正交试验对芝麻饼粕中木脂素进行了提取条件优化的试验。试验结果表明, 料液比 1:6, 浸提时间 10h, 温度 55℃及提取次数 3 次为最佳提取条件, 芝麻木脂素粗品的提取率为 2.62%。用分光光度法测定了芝麻饼粕提取物对 DPPH· 的清除作用和对小鼠离体组织匀浆脂质过氧化及  $\text{Fe}^{2+}$ -VC 体系诱导的脂质过氧化的抑制作用。结果发现芝麻饼粕提取物具有良好的抑制脂质过氧化的作用。

**关键词:** 芝麻; 饼粕; 提取物; 抗氧化活性

## Extraction of Antioxidant from Sesame Cake and Its Activity Study

DONG Ying, GAO Yin

(College of Biology and Environmental Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

**Abstract:** The extraction technology and antioxidant activity of lignans in sesame cake were studied. Solid-liquid ratio, extraction time, temperature, times were selected as four factors to design the orthogonal test, and the optimum conditions of extraction were obtained. The results showed that the optimum conditions for the extraction are as follows: Solid-liquid ratio 1:6, extraction time 10h, temperature 55℃ and times 3. The crude extract rate was accounted for 2.62%. The anti-lipid-peroxidation

收稿日期: 2006-01-17

基金项目: 江苏省科技攻关项目 (BE2005335)

作者简介: 董英 (1954-), 女, 教授, 研究方向为食品生物技术。

- [12] BARRERA R, GONZALEZ C, et al. Effect of pectins on the gelling properties of surimi from silver carp[J]. Food Hydrocolloids, 2002, 16: 441-447.
- [13] SIMON J TL, ROCIO M U, JOSE A R, et al. Low-salt restructured fish products using microbial transglutaminase as binding agent[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2002, 82: 99, 953-959.
- [14] RAMIREZ, BARRERA, MORALES, et al. Effect of xanthan and locust bean gums on the gelling properties of myofibrillar protein[J]. Food Hydrocolloids, 2002, 16: 11-16.
- [15] NAKAYAMA T, SATO Y. Relationships between binding quality of meat and myofibrillar proteins. 2. The contribution of native tropomyosin and actin to the binding quality of meat[J]. Agric Biol Chem, 1971, 35: 208.
- [16] NAKAYAMA T, SATO Y. Relationships between binding quality of meat and myofibrillar proteins. 3. Contribution of native myosin A and actin to rheological proteins of heat set minced-meat gel[J]. J Texture Studies, 1971(2): 75.
- [17] NAKAYAMA T, SATO Y. Relationships between binding quality of meat and myofibrillar proteins. The contribution of native tropomyosin and actin to the binding quality of meat. 4. Contribution of native myosin A and actin to rheological proteins of heat set minced-meat gel[J]. J Texture Studies, 1971(2): 475.
- [18] YASUI T, IAHIOEOAHI M, SAMEJIMA K. Heat-induced gelation of myosin in the presence of actin[J]. J Food Biochem, 1980(4): 61-78.
- [19] SAMEJIMA K, HASHIMOTO Y, YASUI T, et al. Heat gelling properties of myosin, actin, actomyosin and myosin-subunits in a saline model system[J]. J Food Sci, 1969, 34: 242.
- [20] WANG S FW, SMITH D M. Gelation of chicken breast muscle actomyosin as influenced by weight ratio of actin to myosin[J]. J Agric Food Chem, 1995, 43: 331-336.
- [21] 万建荣, 卢菊英, 骆紫尧. 肌球蛋白与肌原纤维蛋白凝胶形成能的比较[J]. 海洋渔业, 1990(3): 107-110.
- [22] 北京大学生化教研室. 生物化学实验指导[M]. 北京: 人民教育出版社, 1979.
- [23] 纪家笙, 黄志斌, 杨远华, 等. 水产品工业手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999.
- [24] 严伯奋, 周松涛, 郭晓峰, 等. 白鲢鱼糜制品的弹性品质研究[J]. 食品与发酵工业, 1991(1): 45-48.
- [25] WASSON D H, BABBITT J K, FRENCH J S. Characterization of a heat stable protease from arrowtooth flounder, *Atheresthes stomias* [J]. Aquatic Food product Technol, 1992(4): 167-182.
- [26] LOWRY O H, ROSEBROUGH N J, FARR A L, et al. Protein measurement with Folin phenol reagent[J]. J of Biol Chem, 1951, 193: 256-275.
- [27] LAENMMLI U K. Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4[J]. Nature, 1970, 227: 680-685.

of the extract on liver was assayed by the determination of malondialdehyde(MDA) with TBA spectrometric method. The results showed that the extract of sesame cake can inhibit the lipid peroxidation of liver and the lipid peroxidation of mitochondria can be induced by  $\text{Fe}^{2+}$ -VC.

Key words: sesame cake extract; antioxidant activity

中图分类号: TS225.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)02-0044-04

芝麻的主要成分是油脂, 含量约为 50%, 其次是蛋白质, 约占 20%, 另外还含有各种维生素、碳水化合物、矿物质、食物纤维以及作为芝麻特征成分的木脂素类化合物。木脂素类化合物在芝麻中含量为 0.5%~1.0%。木脂素是植物中所含有的一类生物调节物质, 可分为游离的脂溶性的木脂素(lignans)和含配糖体的水溶性的木脂素(lignan glucosides)。芝麻中含有一定量的木脂素类化合物, 包括有芝麻素(sesamin)、表芝麻素(episesamin)、芝麻素酚(sesaminol)、芝麻林素(sesamol)、芝麻林素酚(sesamolol)以及芝麻酚(sesamol)等。十余年以来, 有关芝麻木脂素的生理功能研究也取得了较大的进展, 显示它具有抑制 $\Delta 5$ 不饱和酶、降低胆固醇、抗高血压、抗菌及抗氧化、保护肝脏、抑制乳癌以及免疫激活等生理作用。此外, 还有研究显示芝麻素与 $\alpha$ -生育酚具有较强的协同抗氧化效果<sup>[1-4]</sup>。最新的研究表明, 在制油过程中产生的副产品—芝麻饼粕中依然含有一定量的芝麻木脂素类化合物<sup>[5-6]</sup>。

我国作为油料生产大国, 每年有大量的制油副产品—芝麻饼粕产生, 而这些副产品通常是作为饲料, 没有得到充分的利用。本文对芝麻饼粕进行了进一步研究, 充分挖掘芝麻饼粕中的价值, 从而进一步提高芝麻的附加值。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

实验动物 昆明种小白鼠由江苏大学医学院提供。  
芝麻饼粕 镇江京友调味品有限公司; 芝麻素标准品 Cayman公司; DPPH·(2,2-diphenyl-2-picrylhydrazyl) Sigma公司; 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT) 上海健鹰食品科技有限公司; 其他试剂均为分析纯。

HH-S数显恒温水浴锅 江苏金坛医疗仪器厂; Sartorius万分之一电子天平 北京赛多利斯仪器系统有限公司; RE-52AA型旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; SHB-III循环水式多用真空泵 郑州长城科工贸有限公司; Cary100紫外-可见分光系统 美国瓦里安公司; 尤尼柯 UV-2100 型分光光度计。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 芝麻木脂素提取流程

将芝麻饼粕烘干后粉碎, 正己烷脱除剩余的油脂,

风干后脱脂芝麻饼粕用甲醇溶液萃取, 滤液减压浓缩, 再用甲醇溶解定容至 50 ml, 作为待测液。

#### 1.2.2 标准曲线的绘制

精确称取芝麻素标准品 5 mg, 以无水甲醇定容至 25 ml 作为标准溶液。然后分别配制成 5、10、20、40、80  $\mu\text{g/ml}$  的标准溶液, 以无水甲醇为空白, 在 290 nm 处测定吸光度, 回归分析得到芝麻素浓度和吸光度的回归方程:  $y=0.02x+0.0364$ ,  $R^2=0.9985$ , 表明芝麻素浓度在 5~80  $\mu\text{g/ml}$  范围内线性良好。

#### 1.2.3 芝麻木脂素含量测定

取 1.2.1 待测液 0.2 ml 定容至 25 ml, 在 290 nm 处测定吸光度。每一试样重复测定三次, 取平均值, 从上述标准曲线计算相应的芝麻木脂素含量。

#### 1.2.4 溶剂浸提过程中主要影响因素的确定

考察了浸提条件下料液比、浸提时间、浸提温度、提取次数对芝麻木脂素类化合物得率的影响, 并确定在该条件下的最佳提取工艺。

#### 1.2.5 DPPH·自由基的测定

取一定提取物浓度(0.1、0.2、0.5、1.0、1.5 mg/ml)待测样品的甲醇溶液 0.1 ml, 加入 3.9 ml 浓度为 0.025 g/L 的 DPPH·甲醇溶液, 立即混匀, 用尤尼柯 UV-2100 型分光光度计于 515 nm 处, 在一定时间间隔内测定吸光度, 直到读数稳定。

标准曲线的绘制, 准确称取 DPPH·标准品 5 mg, 用甲醇定容至 100 ml。将此母液稀释成不同浓度, 分别测定吸光度, 作标准曲线。

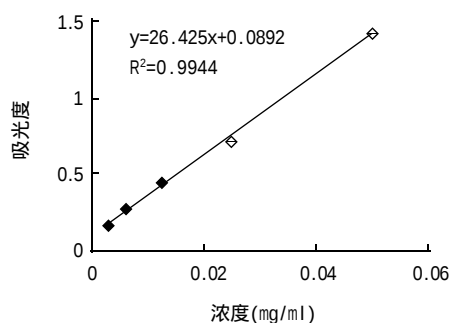


图1 DPPH·标准曲线

Fig.1 Standard curve of DPPH·

则 DPPH·的剩余百分率可由下式计算得到:

$$\text{DPPH}(\%) = (\text{DPPH})_T / (\text{DPPH})_{T=0}$$

式中 $(DPPH)_{T=0}$ 表示0时刻体系中DPPH·的起始浓度; $(DPPH)_T$ 表示T时刻体系中DPPH·的浓度。

以1减去DPPH·的剩余百分含量,即为提取物对DPPH·的清除率。以提取物的浓度对DPPH·的清除率作图,就可以得到清除DPPH·50%时所需的量,即 $EC_{50}$ 。

## 1.2.6 对小鼠肝脏自发性脂质过氧化的抑制作用<sup>[8]</sup>

小鼠禁食过夜后断头放血处死,迅速取出肝脏组织,置于冷生理盐水中,冲洗后制成5%组织匀浆。每试管取5%组织匀浆1.5ml,加入不同浓度的芝麻饼粕提取物(对照组用生理盐水代替),用生理盐水补充至2.0ml,混匀后于 $(37 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 恒温震荡1.5h,加入20%三氯乙酸1.5ml终止反应。3500r/min离心10min,取上清液2ml,加入0.67%硫代巴比妥酸(TBA)1.5ml,95℃水浴15min,取出后冷却。于尤尼柯UV-2100型分光光度计532nm测吸光度。计算丙二醛(MDA)生成抑制率。

## 1.2.7 对 $Fe^{2+}$ -VC诱导的肝微粒体脂质过氧化的抑制作用<sup>[9]</sup>

取小鼠肝脏,用冰冷的0.25mol/L的蔗糖溶液制成20%匀浆,于5000r/min离心20min,沉淀再洗涤一次,合并上清液于30000r/min离心40min,沉淀用冰冷的0.15mol/L KCl洗涤两次,最后悬浮在0.1mol/L的磷酸钾盐缓冲液(pH7.4)。反应体系包括:0.2ml 0.1mmol/L抗坏血酸、0.4ml 0.05mmol/L硫酸亚铁、0.75ml小鼠肝脏微粒体磷酸盐缓冲液及不同浓度的提取物。37℃温浴1h,不断振摇。加20%三氯乙酸1ml,混匀,加0.67%硫代巴比妥酸(TBA)1.5ml,沸水浴10min,在532nm处测定吸光度,计算抑制率。

## 2 结果与分析

### 2.1 正交试验

根据单因素试验结果,对每个因素取三水平,进行 $L_9(3^4)$ 正交试验设计,因素水平和试验结果分别见表1、2。

从表1、2结果可知,各试验因素及因素水平对芝麻脂素类成分提取率大小的影响不完全相同,在所选因素水平下4种因素的最佳组合应为 $A_2B_3C_3D_3$ ,即料液比1:6,浸提时间10h,温度55℃,提取3次,芝麻脂素类化合物得率最高为2.62%。

表1  $L_9(3^4)$ 正交试验水平因素表  
Table 1 Factors and levels of orthogonal test

| 水平 | 料液比(g/ml) | 时间(h) | 温度(℃) | 次数 |
|----|-----------|-------|-------|----|
| 1  | 1:6       | 6     | 35    | 1  |
| 2  | 1:8       | 8     | 45    | 2  |
| 3  | 1:10      | 10    | 55    | 3  |

表2 芝麻脂素提取正交试验

Table 2 Orthogonal test design and result

| 试验号   | A     | B     | C     | D     | 得率(%) |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1     | 1     | 1     | 1     | 1     | 0.934 |
| 2     | 1     | 2     | 2     | 2     | 1.97  |
| 3     | 1     | 3     | 3     | 3     | 2.33  |
| 4     | 2     | 1     | 2     | 3     | 2.54  |
| 5     | 2     | 2     | 3     | 1     | 1.99  |
| 6     | 2     | 3     | 1     | 2     | 2.07  |
| 7     | 3     | 1     | 3     | 2     | 2.22  |
| 8     | 3     | 2     | 1     | 3     | 1.92  |
| 9     | 3     | 3     | 2     | 1     | 2.00  |
| $K_1$ | 5.234 | 5.694 | 4.924 | 4.924 |       |
| $K_2$ | 6.600 | 5.880 | 6.510 | 6.260 |       |
| $K_3$ | 6.140 | 6.400 | 6.540 | 6.790 |       |
| $k_1$ | 1.745 | 1.898 | 1.641 | 1.641 |       |
| $k_2$ | 2.200 | 1.960 | 2.170 | 2.087 |       |
| $k_3$ | 2.047 | 2.133 | 2.180 | 2.263 |       |
| R     | 0.455 | 0.235 | 0.539 | 0.622 |       |

### 2.2 芝麻饼粕提取物对DPPH·的清除作用

二苯代苦味酰基自由基(DPPH·)是一种很稳定的以氮为中心的自由基,若受试物能清除它,则提示受试物具有降低羟自由基、烷自由基或过氧自由基的有效浓度和打断脂质过氧化链反应的作用。DPPH·有个单电子,在515nm有强吸收,其甲醇水溶液呈深紫色,加入受试物后,在515nm可以动态监测其对DPPH·清除效果。

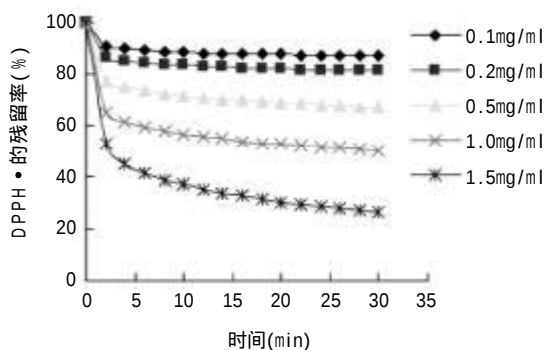


图2 不同浓度提取物对DPPH·的清除动力学曲线  
Fig.2 The kinetic curve of DPPH· scavenging effect

从图2可以看出,随着提取物浓度的不断增加,体系中DPPH·含量达到稳定的时间也逐渐延长。

从图3可以看出,在0.1~1.5mg/ml有效浓度范围内,随着提取物浓度的增加,清除DPPH·的作用逐渐增强。清除50% DPPH·的 $EC_{50}$ 值为0.964mg/ml。

### 2.3 芝麻饼粕提取物对小鼠肝脏自发性脂质过氧化的抑制作用

脂质过氧化物是生物膜和亚细胞膜中磷脂质所含多元不饱和脂肪酸被自由基损伤、氧化形成的过氧化产物。它可引起膜损伤、酶抑制、溶酶体释放、蛋白

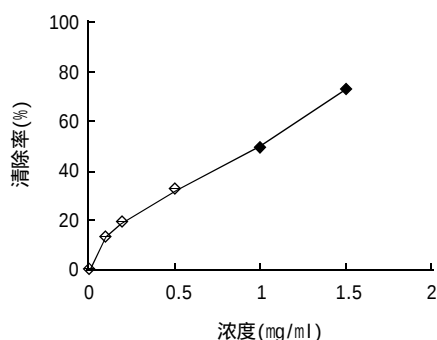


图3 芝麻饼粕提取物对DPPH·的清除效率  
Fig.3 DPPH· scavenging effects of sesame cake extract

质交联、DNA 和 RNA 结构破坏等生化毒性反应, 造成机体衰老和多种疾病。通过对小鼠肝脏脂质过氧化产物的二级分解产物丙二醛(MDA)的抑制以达到延缓衰老和防止疾病的作用, 结果如图4所示。

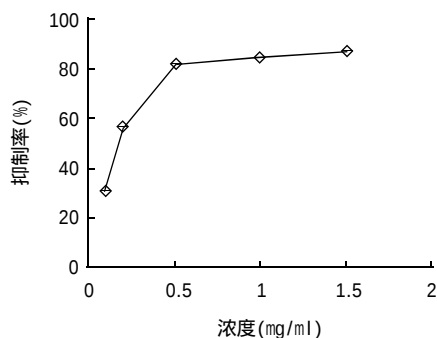


图4 芝麻饼粕提取物对小鼠肝脏自发性脂质过氧化的抑制作用  
Fig.4 Extraction effects on MDA generation spontaneously in homogenates of rat liver

实验结果表明, 随着加入的提取物浓度的不断增大, 对小鼠肝脏自发性脂质过氧化的抑制作用也逐渐的增强, 由此证明芝麻饼粕提取物对脂质过氧化产生的丙二醛(MDA)有较好的抑制作用。

#### 2.4 芝麻饼粕提取物对Fe<sup>2+</sup>-VC体系诱导的线粒体脂质过氧化的抑制作用

Fe<sup>2+</sup>-VC体系能使肝线粒体脂质过氧化水平明显增加, 芝麻饼粕提取物的加入, 能使肝线粒体脂质过氧化水平受到不同程度的抑制, 结果如图5所示。

实验结果表明, 随着提取物浓度的不断增加能显著抑制Fe<sup>2+</sup>-VC体系诱导肝线粒体脂质过氧化产物丙二醛的生成, 而且具有较好的剂量效应关系。

### 3 结论

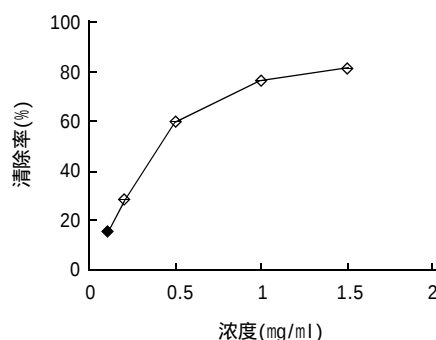


图5 芝麻饼粕提取物对Fe<sup>2+</sup>-VC体系诱导的线粒体脂质过氧化的抑制作用  
Fig.5 Extraction effects of on MDA generation in rat liver induced by Fe<sup>2+</sup>-VC

3.1 本实验通过正交试验得出了芝麻饼粕中芝麻木脂素类化合物的最佳提取工艺条件, 后经试验验证, 在确定的最佳工艺条件下提取芝麻木脂素类成分的得率为2.62%, 从而为以后的分离纯化和利用芝麻木脂素类化合物奠定了基础。

3.2 采用DPPH·法测定了芝麻饼粕提取物的抗氧化能力, 并研究了其反应的动力学特征。

3.3 芝麻饼粕提取物对小鼠肝脏的自发性脂质过氧化和Fe<sup>2+</sup>-VC体系诱导的线粒体脂质过氧化都具有较好的抑制作用, 在实验范围内的最大抑制率为80%左右。

#### 参考文献:

- [1] 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.
- [2] YUNG-SHIN SHYU, LUCY SUN HWANG. Antioxidative activity of the crud extract of lignan glycosides from unroasted Burma black sesame meal[J]. Food Research International, 2002, 35: 357-365.
- [3] 戴洪平, 王兴国, 余春涛. 芝麻素的研究与开发[J]. 中国油脂, 2003, 28(6): 52-54.
- [4] CHANG L W, YEN W J. Antioxidant activity of sesame coat[J]. Food Chemistry, 2002, 78: 347-354.
- [5] SUJA K P, JAYALEKSHMY A. Antioxidant activity of sesame cake extract[J]. Food Chemistry, 2005, 91: 213-219.
- [6] ABRAHAM T, ARUMUGHAN C. Antioxidant efficacy of sesame cake extract in vegetable oil protection[J]. Food Chemistry, 2004, 84: 393-400.
- [7] 郭长江, 杨继军, 李云峰, 等. 以FRAP法测定水果不同部分抗氧化活性的比较研究[J]. 中国公共卫生, 2003, 19: 841-843.
- [8] 项光亚, 杨瑜, 阮金兰, 等. 金丝桃抗脂质过氧化作用研究[J]. 同济医科大学学报, 2001, 30(3): 211-213.
- [9] ZHENG LI J, R L, LIU Z M, et al. Scavenging effects of phenylpropanoid glycosides on superoxide and its antioxidant effect[J]. Acta Pharmacol Sin, 1992, 13(6): 427-436.

# 芝麻饼粕中抗氧化成分的提取及其活性研究

作者: 董英, 高音, [DONG Ying](#), [GAO Yin](#)  
作者单位: [江苏大学生物与环境工程学院, 江苏, 镇江, 212013](#)  
刊名: [食品科学](#) [ISTIC](#) [PKU](#)  
英文刊名: [FOOD SCIENCE](#)  
年, 卷(期): 2007, 28 (2)  
被引用次数: 7次

## 参考文献(9条)

1. 冯志勇;谷克仁 芝麻中木脂素的组成、结构及其生理功能[期刊论文]-[中国油脂](#) 2004(07)
2. [ZHENG LI](#); [LIU Z M](#) Scavenging effects of phenylpropanoid glycosides on superoxide and its antioxidation effect 1992(06)
3. 项光亚;杨瑜;阮金兰 金丝桃抗脂质过氧化作用研究[期刊论文]-[同济医科大学学报](#) 2001(03)
4. 郭长江;杨继军;李云峰 以FRAP法测定水果不同部分抗氧化活性的比较研究[期刊论文]-[中国公共卫生](#) 2003(7)
5. [ABRAHAM T](#); [ARUMUGHAN C](#) Antioxidant efficacy of sesame cake extract in vegetable oil protection[外文期刊] 2004
6. [SUJA K P](#); [JAYALEKSHMY A](#) Antioxidant activity of sesame cake extract[外文期刊] 2005
7. [CHANG L W](#); [YEN W J](#) Antioxidant activity of sesame coat[外文期刊] 2002
8. 戴洪平;王兴国;余春涛 芝麻素的研究与开发[期刊论文]-[中国油脂](#) 2003(06)
9. [YUNG-SHIN SHYU](#); [LUCY SUN HWANG](#) Antioxidative activity of the crud extract of lignan glycosides from unroasted Burma black sesame meal[外文期刊] 2002(4)

## 引证文献(7条)

1. 刘立业. 何军 芝麻油中芝麻素提取工艺研究[期刊论文]-[吉林化工学院学报](#) 2009(4)
2. 王忠合. 吴晓玉 酱油渣中可溶性膳食纤维微波辅助酶法提取工艺研究[期刊论文]-[食品研究与开发](#) 2009(8)
3. 杨涓. 黄凤洪 中国芝麻产业现状与存在问题、发展趋势与对策建议[期刊论文]-[中国油脂](#) 2009(1)
4. 王忠合 酱油渣不溶性膳食纤维的制备及其功能特性研究[期刊论文]-[中国酿造](#) 2009(2)
5. 杨新星. 程春梅. 王炯. 贝玉祥. 戴云 千里光多酚提取物的体外抗氧化研究[期刊论文]-[云南民族大学学报\(自然科学版\)](#) 2009(2)
6. 杨安树. 朱江. 熊新安 蜜芝膏生产及其抗氧化保鲜研究[期刊论文]-[食品科学](#) 2008(9)
7. 张燕飞. 谷克仁 芝麻中芝麻素提取工艺研究进展[期刊论文]-[粮食与油脂](#) 2008(11)

本文链接: [http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_spkx200702007.aspx](http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_spkx200702007.aspx)