

实验技术与方法

高效液相色谱法检测可可制品中二氢槲皮素含量

张爽¹, 公丕学^{2,3}, 韦昱⁴, 泮秋立^{2,3}, 王骏^{2,3}, 肖晶⁴

(1. 山东第二医科大学公共卫生学院, 山东 潍坊 261000; 2. 山东省食品药品检验研究院, 山东 济南 250101; 3. 山东省特殊医学用途配方食品质量控制技术研究中心, 山东 济南 250101; 4. 国家食品安全风险评估中心, 北京 100022)

摘要:目的 利用液液萃取-固相萃取法去除可可制品中脂肪含量和干扰杂质, 建立高效液相色谱法检测其中二氢槲皮素的含量。方法 样品经甲醇-2% 乙酸水(V:V=1:1)提取后, 先采用液液萃取净化方式去除溶液中脂肪含量, 后以亲水亲脂固相萃取柱进行二次净化, 以0.1% 乙酸水-甲醇为流动相, C₁₈反相色谱柱分离, 使用带二极管阵列检测器的高效液相色谱仪进行分析。结果 二氢槲皮素在0.1 μg/mL~100 μg/mL范围内呈现良好的线性关系, 线性相关系数为0.999 9, 检出限为1 mg/kg, 定量限为3 mg/kg, 平均回收率为101.7%~106.7%, RSD为0.35%~1.60%(n=6)。结论 该方法能够去除可可制品中的脂溶性杂质, 灵敏度高、准确度高, 适用于高脂食品中二氢槲皮素含量的准确测定。

关键词: 二氢槲皮素; 可可制品; 液液萃取; 固相萃取; 高效液相色谱法

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2025)03-0232-08

DOI: 10.13590/j.cjfh.2025.03.004

Determination of dihydroquercetin in cocoa products by high performance liquid chromatographyZHANG Shuang¹, GONG Pixue^{2,3}, WEI Yu⁴, PAN Qiuli^{2,3}, WANG Jun^{2,3}, XIAO Jing⁴

(1. School of Public Health, Shandong Second Medical University, Shandong Weifang 261000, China; 2. Shandong Institute for Food and Drug Control, Shandong Ji'nan 250101, China; 3. Shandong Research Center of Engineering and Technology for Quality Control of Food for Special Medical, Shandong Ji'nan 250101, China; 4. China National Center for Food Safety Risk Assessment, Beijing 100022, China)

Abstract: Objective In the experiment, using liquid-liquid extraction solid-phase extraction method to remove fat content and interfering impurities from cocoa products, establishing a high performance liquid chromatography method for detecting the content of dihydroquercetin. **Methods** After the sample was extracted with methanol-2% acetic acid water (V:V=1:1), the fat content in the solution was first removed by liquid-liquid extraction purification, then it was secondary purified by hydrophilic and lipophilic solid-phase extraction column. The mobile phase was 0.1% acetic acid water-methanol, and it was separated by C₁₈ reversed-phase chromatographic column. Finally, it was analyzed by high performance liquid chromatography with diode array detector. **Results** The dihydroquercetin showed a good linear relationship in the range of 0.1-100 μg/mL, the linear correlation coefficient was 0.999 9, the detection limit was 1 mg/kg, the quantitative limit was 3 mg/kg, the average recovery rate was 101.7%-106.7%, and the RSD was 0.35%-1.60% (n=6). **Conclusion** The method can remove fat soluble impurities in cocoa products, with high sensitivity and accuracy, and is suitable for accurate determination of dihydroquercetin content in high-fat foods.

Key words: Dihydroquercetin; cocoa products; liquid-liquid extraction; solid-phase extraction; high performance liquid chromatography

收稿日期: 2024-06-13

基金项目: 国家重点研发计划(2023YFF1104900)

作者简介: 张爽 女 在读研究生 研究方向为营养与食品卫生学 E-mail: zhangs0012@163.com

通信作者: 肖晶 女 研究员 研究方向为食品检验 E-mail: xiaojing@cfsa.net.cn

二氢槲皮素(Dihydroquercetin, DHQ),又名花旗松素、紫杉叶素,是一种淡黄色粉末或无色针状的结晶,属于黄酮类化合物^[1],易溶于乙醇、乙酸和沸水,微溶于冷水,但不溶于乙醚、氯仿和苯等非极性溶剂中,其化学结构式见图1。DHQ主要来源于落叶松^[2-3],具有很强的抗氧化能力^[4-5],在炎症^[6-7]、过敏^[8]、恶性肿瘤^[9]、微生物感染^[1]、病毒^[10]、心血管疾病^[11-12]和肝脏疾病^[13-15]等方面表现出良好的作用,且无毒、无致畸、无突变作用,成分安全,可直接食用,也可作为膳食补充剂。2021年4月15日,国家卫生健康委员会正式批准DHQ作为新功能食品原料,规定其可用于饮料、发酵乳和风味发酵乳、可可制品、巧克力和巧克力制品中,每日最高用量不超过100 mg^[16]。DHQ具有较强的抗氧化作用,能够提高人体免疫力,且已被允许添加到食品中,因此为保障该类食品的质量和安全性,建立准确、可靠的检测方法是很有必要的。

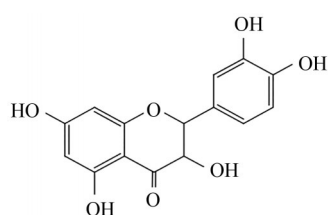


图1 DHQ分子式

Figure 1 Molecular formula of dihydroquercetin

DHQ的检测方法有分光光度法^[17-18]、原子荧光光谱法^[19]、薄层扫描法^[20]、电化学分析法^[21]、高效液相色谱串联质谱法^[22-25]、高效液相色谱法^[26-30]等。分光光度法检测灵敏度较低,对于复杂食品基质的专一性不强,影响测定结果;荧光光谱法受限于化合物是否会产生荧光,对于复杂食品基质的检测结果准确度较差;薄层扫描法对样品溶液的浓度和吸光度有要求,对于高分子生物检测结果不理想;电化学分析法检测DHQ含量时易受扫描速度、溶液浓度和pH值的影响,且选择性较差,定量结果不准确;高效液相色谱串联质谱法灵敏度高,检测结果准确,但对于某些样品可能存在基质效应而影响测定结果;高效液相色谱法操作简便,对基质的分离效果好、灵敏度高,适用范围广,在企业和单位内均有普及。

目前关于DHQ的检测研究多集中于中药材及原料提取物中含量的分析,对于食品中DHQ的检测研究较少。可可制品中由于其含有较高的脂肪和糖分,基质较为复杂,DHQ的完全提取难度较大,从而影响测定结果。本实验采用液液萃取-固相萃取净化的方式,利用高效液相色谱法来检测可可制

品中DHQ的含量,并建立一种高效、准确的高脂食物中DHQ检测方法,不仅可以为政府监管、风险监测研究提供技术支持,同时也为国家标准提供技术储备。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与材料

DHQ标准品(CAS:480-18-2,纯度≥98%,美国Panphy Chemicals Corporation);可可制品,购自本地市场;乙酸、甲醇、正己烷(均为色谱纯,德国Merck公司);MS-3旋涡混合器(德国IKA公司);SB-800DTD型超声波清洗器(宁波新芝生物科技股份有限公司);3-18KS型高速冷冻离心机(德国SIGMA公司);水浴振荡器(德国优莱博);固相萃取装置(24针型,美国Supelco公司);ProElut PLS固相萃取柱(200 mg/6 mL,迪马科技有限公司);N-EVAP型控温型氮吹仪(美国Organomation公司);Milli-Q7000型超纯水仪(美国Millipore公司);悬臂式电动搅拌器(上海力辰邦西仪器科技有限公司);真空冷冻干燥机(北京松源华兴科技发展有限公司);刀式研磨仪(蚂蚁源科学仪器(北京)有限公司);检验标准筛(绍兴市上虞华丰五金仪器有限公司);岛津LC2030C高效液相色谱仪(带二极管阵列检测器,日本岛津公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液配制

精确称取10 mg(精确至0.000 1 g)DHQ标准品,甲醇溶解至10 mL,配得质量浓度为1 mg/mL的DHQ标准储备液,在-18℃以下的冰箱中密封储存。准确移取DHQ标准储备液,用甲醇-2%乙酸水(V:V=1:1)逐级稀释得到1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 μg/mL的系列标准工作液。

1.2.2 样品前处理

样品制备:将预先冷冻过的可可制品用研磨设备进行粉碎备用。

样品提取:称取(1.00±0.02)g可可制品试样于25 mL比色管中,加入10 mL质量分数为2%的乙酸水溶液,在旋涡混合器上充分混合5 min,超声提取10 min后加入10 mL甲醇,涡旋1 min,超声5 min,用甲醇-2%乙酸水(V:V=1:1)定容至刻度,将全部样液转移至50 mL离心管中,-5℃的温度下以8 000 r/min(离心半径9 cm)离心5 min。取2.5 mL上清液,加入10 mL甲醇饱和正己烷,振荡5 min后静置去除上层,加入10 mL超纯水混合均匀,待净化。

样品净化浓缩:取待净化溶液上活化后的ProElut PLS固相萃取柱,控制流速为1 d/s,待流尽后,依次加入5 mL超纯水、5 mL 10% 甲醇水淋洗,

负压抽干,加入 5 mL 甲醇洗脱,洗脱液在 50 ℃水浴中氮吹浓缩,用甲醇:0.1% 乙酸水(体积比 1:1)混合溶液精确定容至 1 mL,超声处理 5 min,过 0.22 μm 微孔 PTFE 滤膜,待高效液相色谱分析。

1.2.3 阳性样品制备

称取可可制品 1 kg,隔热水融化,向其中加入 DHQ 标准品 18 mg,搅拌器充分搅拌均匀后转移至冻干机进行冻干处理,冻干后的样品经研磨仪粉碎,过 60 目筛,获得添加量约为 18 mg/kg 的阳性样品,于常温通风干燥处储存。

1.2.4 色谱条件

色谱柱为 X-Bridge C₁₈(4.6×250 mm,3.5 μm);流动相为 0.1% 乙酸水(A 相)-甲醇(B 相);检测波长为 288 nm;流速为 0.8 mL/min;进样量为 10 μL;柱温为 35 ℃。梯度洗脱条件见表 1。

表1 流动相梯度洗脱程序

Table 1 Mobile phase gradient elution procedure		
时间/min	0.1% 乙酸水/%	甲醇/%
0.0	70	30
15.0	70	30
16.0	5	95
20.0	5	95
20.1	70	30
25.0	70	30

2 结果与分析

2.1 仪器条件优化

2.1.1 流动相选择

在 288 nm 吸收波长下,注入 10 μg/mL 的标准

溶液,对甲醇、乙酸、乙酸铵组合的 6 种流动相进行优化,DHQ 在不同流动相中的影响见表 2。流动相中有乙酸铵缓冲溶液对 DHQ 有抑制作用,会降低 DHQ 响应值;甲醇-乙酸组合响应面积最大,当乙酸溶液浓度增大时,色谱峰保留时间提前。反相色谱中样品的分离主要基于样品分子与固定相之间的非极性相互作用和与流动相之间的极性相互作用的差异。当流动相中存在酸时,影响 DHQ 分子的离子化程度,流动相的 pH 变化也会影响 DHQ 保留时间。综合考虑选用 0.1% 乙酸水作为流动相,既能保证 DHQ 与杂质干扰完全分离,又能节约试剂。

表2 DHQ在不同比例流动相中的影响

Table 2 Effect of DHQ in different proportions of mobile phases			
流动相	保留时间/min	响应面积/mAu	峰高
甲醇/0.1% 乙酸	11.849	444 013	68 474
甲醇/0.5% 乙酸	11.630	407 136	63 455
甲醇/1% 乙酸	11.345	409 038	62 645
甲醇/20 mmol/L 乙酸铵 (含 0.1% 乙酸)	11.785	391 541	61 438
甲醇/20 mmol/L 乙酸铵 (含 0.3% 乙酸)	11.712	187 668	29 706
甲醇/20 mmol/L 乙酸铵	10.924	265 167	34 551

2.1.2 波长选择

采用带二极管阵列检测器的高效液相色谱仪对 DHQ 标准样品在 200~800 nm 范围进行光谱扫描,光谱图如图 2。DHQ 在 200 nm 和 288 nm 处吸收最强,但考虑低波段可能易受食品基质杂质的干扰,影响定量的准确性,因此选择 288 nm 作为检测波长。

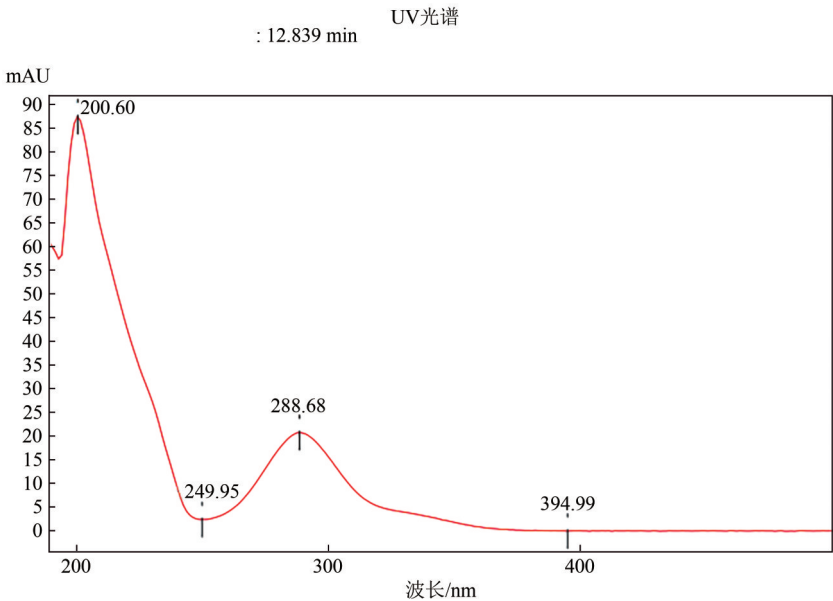


图2 DHQ标准品溶液光谱图

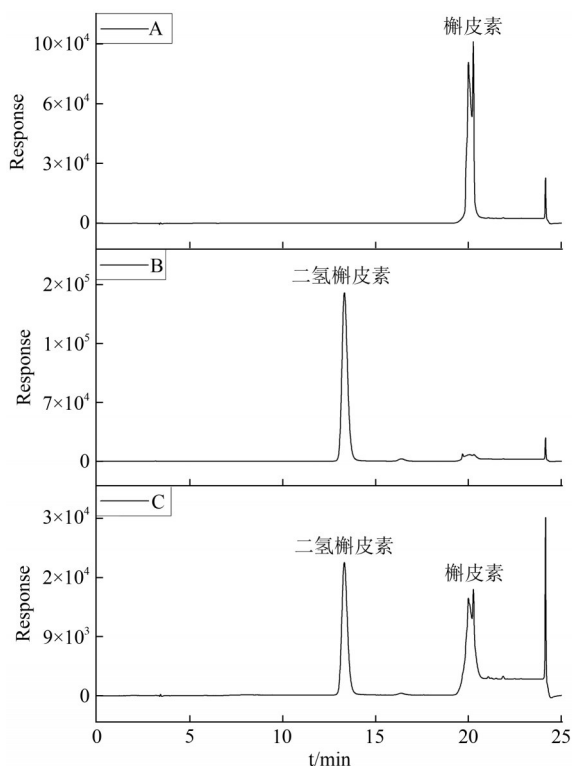
Figure 2 Spectra of DHQ standard solution

2.1.3 DHQ 专属性检测

DHQ 和槲皮素都属于天然黄酮类,但化学结构

不同。高效液相色谱法能够根据 DHQ 独有的性质将其与其他类似物(如槲皮素)完全分离开(分离结

果见图 3),并且能够准确定量检测 DHQ,确保结果可靠,保证方法的特异性。



注:A为槲皮素 100 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液;B为 DHQ 100 $\mu\text{g/mL}$ 标准;C为槲皮素和 DHQ 10 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准溶液

图 3 槲皮素与 DHQ 色谱分离图

Figure 3 Chromatographic separation diagram of quercetin and DHQ

2.2 前处理条件优化

2.2.1 提取溶液选择以及比例优化

实验过程中发现提取溶液酸碱度影响 DHQ 稳定性,对提取溶液酸碱度进行了优化。选择 pH 值为 2、3、5、7、9 的溶液对 DHQ 进行稳定性测试,结果见图 4。当 $\text{pH} > 5$ 时,随着 pH 值升高,DHQ 标准溶液回收率降低,当 pH 为 9 时回收率仅为 20%。当 $\text{pH} \leq 5$ 时,DHQ 标准溶液回收率几乎不变,因此选择 pH 在 5 及以下。

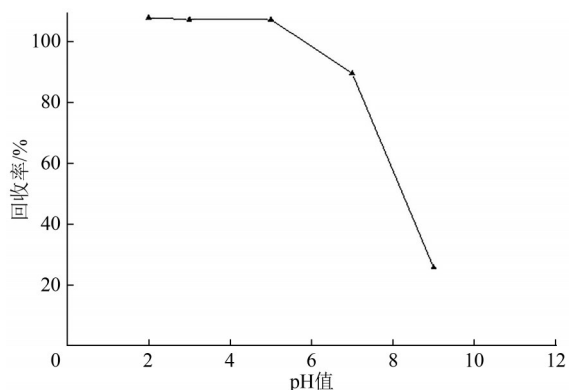


图 4 提取溶液 pH 值对 DHQ 稳定性影响

Figure 4 Effect of pH of extraction solution on DHQ stability

DHQ 在乙醇、乙酸、沸水中的溶解度较高,根据这一特点,试验选用甲醇、2% 乙酸水、甲醇-2% 乙酸水作为提取溶剂。结果显示,当 DHQ 添加质量浓度为 10 mg/kg 时,以甲醇和 2% 乙酸水分别单独作为提取溶剂时,DHQ 回收率仅为 60% 和 40%,回收率低,提取效果差。根据先前的实验研究结果甲醇与 2% 乙酸水比例为 1:1 时提取效率最好^[30],因此提取溶液的比例选择为 1:1。

2.2.2 提取次数的优化

提取次数影响回收率。使用优化后的提取溶液对可可制品分别进行 1、2、3 次提取,样品经浓缩净化后分析结果见图 5。样品经 1 次提取后浓缩净化 and 经 2、3 次提取合并后浓缩净化,仪器检测结果表明其回收率均在 95% 以上,且偏差小。因此为提高样品前处理效率、降低工作量、考虑环保,本研究采用样品仅提取 1 次的方案进行后续的实验。

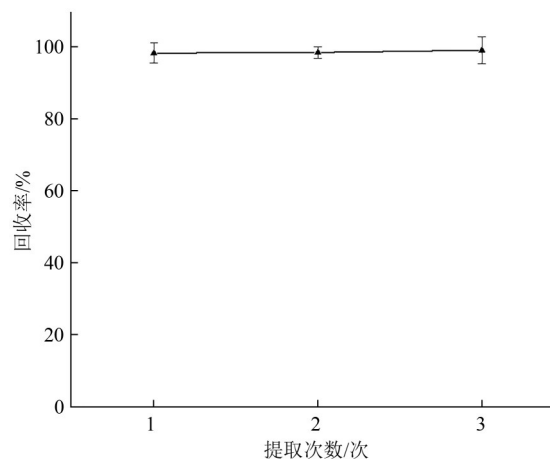


图 5 不同提取次数 DHQ 回收率

Figure 5 DHQ recovery rate in different extraction times

2.2.3 净化柱的选择

可可制品中基质本底比较复杂,杂质干扰较多,提取目标物后若不净化直接测定易出现干扰,影响定性定量准确性,同时还易污染色谱柱,影响色谱柱的使用寿命。固相萃取(Solid phase extraction, SPE)法能够有效去除杂质且操作方便、快捷,采用 SPE 法作为净化手段去除样品中的杂质,旨在提高检测结果的精确性。本实验对 4 种 SPE 柱的净化效果进行比较,具体操作步骤见表 3。

采用回收率评价 4 种 SPE 柱的净化效果(图 6)。使用 C_{18} 柱和 Oasis PRiME HLB 柱净化后检测结果回收率不到 85%。Oasis HLB 柱和 ProElut PLS 柱含有特定比例的亲水基和疏水基,而 DHQ 结构含有的酚羟基和苯环,使其能够在 SPE 柱上保留,使用这两种 SPE 柱检测结果回收率均在 95% 以上。Oasis HLB 柱过柱时间需要约 30 min,ProElut PLS

表3 四种SPE柱的净化条件

Table 3 Four SPE columns for clean-up methods

SPE柱	活化	上样	淋洗	洗脱
Oasis HLB	5 mL 甲醇、5 mL 水	取 2.5 mL 稀释 5 倍	5 mL 水、5 mL 10% 甲醇	5 mL 甲醇
C ₁₈	5 mL 甲醇、5 mL 水	取 2.5 mL 稀释 5 倍	5 mL 水、5 mL 10% 甲醇	5 mL 甲醇
Oasis PRiME HLB	—	直接上样	—	接液
ProElut PLS	5 mL 甲醇、5 mL 水	取 2.5 mL 稀释 5 倍	5 mL 水、5 mL 10% 甲醇	5 mL 甲醇

柱过柱只需 10 min,为提高工作效率,选用 ProElut PLS 柱净化可可制品。

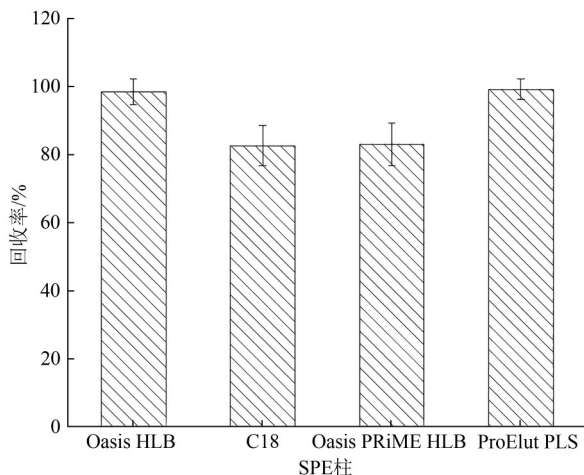


图6 不同种类SPE柱净化对DHQ回收率的影响

Figure 6 Effect of different kinds of SPE column clean-up on DHQ recovery

2.2.4 稀释比例优化

在过柱时待净化溶液中有机相的比例会影响目标物与SPE柱结合,影响回收率。有机相在SPE柱上不保留,过柱时有机相比比例要求不能太高,因此上样前需要将提取溶液进行稀释过柱。提取溶液中甲醇含量为50%,直接过SPE柱会造成目标物损失,造成回收率降低。以1、2、5、10、20倍的比例稀释待净化溶液,得到的回收率如图7。稀释2倍时,溶液中甲醇比例为25%,DHQ回收率为91.60%,目标物在SPE柱上有损失,当甲醇比例为10%,即稀释倍数为5倍时,DHQ回收率达到94.45%,稀释倍数增加,回收率变化不明显,耗时费力,因此控制甲醇比例在10%及以下时,过SPE柱能保证回收率较好。有机相比比例越低,净化溶液体积越大,在进行SPE柱净化时耗费时间越长。因此,为提高工作效率,待净化溶液稀释5倍即可。

2.2.5 洗脱体积的优化

SPE柱会吸附提取溶液中的目标物,有机相能够把附着在SPE柱上的目标物洗脱下来。有机相的洗脱体积影响洗脱能力,在保证目标物完全洗脱的基础上,采用最小量洗脱液进行洗脱,可减少有机溶剂使用量,降低环境污染,缩短浓缩时间。以6种不同体积的甲醇(0.5、1、2、5、8、10 mL)进行洗脱

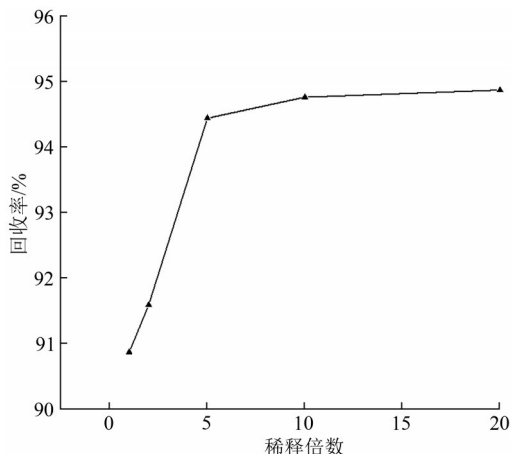


图7 稀释倍数对DHQ回收率的影响

Figure 7 Effect of dilution on recovery rate of DHQ

测试,检测回收率结果见图8。洗脱体积较小时,DHQ在SPE柱上有残留,回收率低;洗脱体积增大,回收率明显提高,当洗脱体积为5 mL时,DHQ回收率最高;超过5 mL时,DHQ回收率没有明显变化,故选择洗脱体积为5 mL。

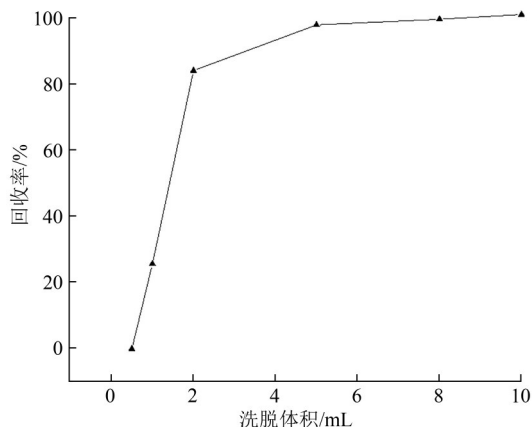


图8 甲醇洗脱体积对DHQ回收率的影响

Figure 8 Effect of methano elution on the recovery rate of DHQ

2.2.6 液液萃取优化

可可制品中脂肪含量较高影响DHQ的提取从而影响检测结果,只经过SPE净化后发现检测结果回收率偏低,因此在进行SPE净化之前,在待净化溶液中先加入甲醇饱和正己烷,振荡使其中的脂肪溶于正己烷,离心后去除正己烷层。除脂前后的DHQ回收率见图9。结果显示除脂前DHQ回收率为74.3%~78%,除脂后回收率提高至96%~101.7%,且除脂后SPE柱净化速度有所提升。经离心后的上清液由于脂肪含

量高比较浑浊,过 SPE 柱时影响 DHQ 的保留,回收率低。正己烷是一种直链饱和脂肪烃类非极性溶剂,能从样品溶液中有效溶解脂肪,且 DHQ 几乎不溶于正己烷;经过液液萃取后脂肪干扰减少,DHQ 在 SPE 柱上保留增加,回收率提高。因此,在进行固相萃取之前先通过液液萃取除脂能够提高回收率。

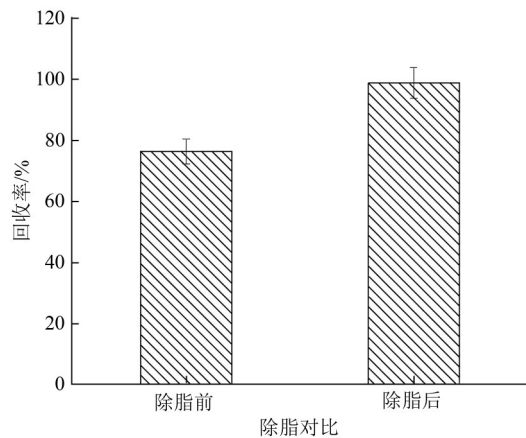


图9 正己烷除脂效果
Figure 9 N-hexane defatting effect

2.3 方法学考察

2.3.1 线性范围考察和检出限

把 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 μg/mL 规格的 DHQ 标准工作液上高效液相色谱仪进行分析检测,标准曲线以 DHQ 浓度为横坐标(x),纵坐标(y)为对应峰面积,得出线性回归方程 $y=42642.8x-570.471$ ($r=0.999\ 9$),方程在 0.1~100 μg/mL 范围内呈现良好的线性关系。检出限是以 S/N 接近 3 时,计算为 1 mg/kg,定量限是以 S/N 接近 10 时,得出为 3 mg/kg。

2.3.2 回收率和精密度试验

空白样品中添加 10、70、140 mg/kg 的 DHQ 标准液,3 个加标水平按照优化后的实验方法进行 6 次平行测定,结果见表 4。加标平均回收率范围为 101.7%~106.7%,相对标准偏差(Relative standard deviation,RSD)为 0.35%~1.60%,回收率好。

表4 DHQ 平均回收率与 RSD(n=6)

Table 4 Average recovery of DHQ and relative standard deviation (n=6)

	加标水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
可可制品	10	107.7	1.60
	70	102.7	0.37
	140	101.7	1.54

2.4 实际样品检测

采用本实验建立的方法对 10 批次的市售可可制品进行检测,结果并未检测到添加 DHQ。为检验本方法是否可行,对阳性样品进行检测。按照优化后的实验方法条件进行前处理,平行检测 6 次,测定

值为 16.7~17.3 mg/kg,平均值为 17.1 mg/kg,RSD 为 1.5%。检测结果显示所测样品的 DHQ 测定值差异较小,精密度好,检测方法可操作性强,证明本实验建立的方法可行。

3 结论

本实验建立了液液萃取和固相萃取的净化方法,利用高效液相色谱法检验可可制品中 DHQ 含量,优化了提取试剂、净化条件和除脂效果,降低了干扰物影响;对流动相和波长进行了选择,优化了仪器条件,提高了方法的准确度和灵敏度。通过对实际阳性样品进行检测,验证了此方法的可靠性,适用于可可制品中 DHQ 的定性结果和定量检测,为高脂食品中 DHQ 的检测提供了技术支持。

参考文献

[1] 蔡瑾,闫然,王梦亮,等.二氢槲皮素对大肠杆菌的抑菌作用机理[J].食品科学,2023,44(19):18-26.
CAI J, YAN R, WANG M L, et al. Antimicrobial mechanism of dihydroquercetin against *Escherichia coli* [J]. Food Science, 2023, 44(19):18-26.

[2] 王宇,王遂.RP-HPLC 法测定落叶松中二氢槲皮素的含量[J].化学工程师,2009,23(2):22-24.
WANG Y, WANG S. Determination of dihydroquercetin in Larch by RP-HPLC[J]. Chemical Engineer, 2009, 23(2): 22-24.

[3] 张卫鹏,刘伟,付警辉,等.长白落叶松中花旗松素的结构鉴定与含量测定[J].食品科学,2013,34(16):293-296.
ZHANG W P, LIU W, FU J H, et al. Structural Identification and Quantitative Analysis of Taxifolin in *Larix olgensis* Henry var. *Koreana* Nakai[J]. Food Science, 2013, 34(16): 293-296.

[4] 张晓利,赵瑞香,姜建福,等.葡萄皮渣中花旗松素提取工艺优化及其抗氧化能力测定[J].食品工业科技,2021,42(5):200-205,220.
ZHANG X L, ZHAO R X, JIANG J F, et al. Optimization of Extraction Process of Taxifolin from Grape Pomace and Determination of Its Antioxidant Capacity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(5): 200-205, 220.

[5] 焦雪菲,李传峰,倪庆瑜,等.二氢槲皮素对大鼠肾缺血-再灌注损伤的保护作用[J].济宁医学院学报,2023,46(1):5-9.
JIAO X F, LI C F, NI Q Y, et al. Protective effect of dihydroquercetin on renal ischemia-reperfusion injury in rats[J]. Journal of Jining Medical University, 2023, 46(1): 5-9.

[6] YU X, HUSSEIN S, LI L, et al. Effect of Dihydroquercetin on Energy Metabolism in LPS-Induced Inflammatory Mice [J]. Biomed Research International, 2022, 2022: 6491771.

[7] SHEN M W, LIN B B, QIAN F H, et al. Taxifolin ameliorates sepsis-induced lung capillary leak through inhibiting the JAK/STAT3 pathway[J].Allergologia et Immunopathologia, 2022, 50(2): 7-15.

[8] 蔡华君,郑毅男,刘文丛.二氢槲皮素抗炎抗过敏抗痒作用的活性研究[J].人参研究,2015,27(3):32-35.
CAI H J, ZHENG Y N, LIU W C. Study on taxifolin's activities

- of anti-inflammatory, anti-allergy and relieving itching[J]. *Ginseng Research*, 2015, 27(3): 32-35.
- [9] KUANG H, TANG Z, ZHANG C, et al. Taxifolin Activates the Nrf2 Anti-Oxidative Stress Pathway in Mouse Skin Epidermal JB6 P+ Cells through Epigenetic Modifications[J]. *International Journal of Molecular Science*, 2017, 18(7): 1546.
- [10] GALOCHKINA A V, ANIKIN V B, BABKIN V A, et al. Virus-inhibiting activity of dihydroquercetin, a flavonoid from *Larix sibirica*, against coxsackievirus B4 in a model of viral pancreatitis[J]. *Archives of Virology*, 2016, 161(4): 929-938.
- [11] SHU Z P, YANG Y N, YANG L, et al. Cardioprotective effects of dihydroquercetin against ischemia reperfusion injury by inhibiting oxidative stress and endoplasmic reticulum stress-induced apoptosis via the PI3K/Akt pathway[J]. *Food & Function*, 2019, 10(1): 203-215.
- [12] 吴明娟, 费洪新, 田明, 等. 二氢槲皮素对异丙肾上腺素所致急性心肌缺血大鼠心肌磷脂酰肌醇3-激酶/糖原合成酶激酶-3 β 信号通路的影响[J]. *中国医药导报*, 2020, 17(2): 15-19.
- WU M J, FEI H X, TIAN M, et al. Effect of dihydroquercetin on the phosphoinositide-3-kinase/glycogen synthase kinase-3 β signaling pathway in the myocardium of rats with acute myocardial ischemia induced by isoproterenol[J]. *China Medical Herald*, 2020, 17(2): 15-19.
- [13] WANG M Y, HAN H, WAN F, et al. Dihydroquercetin Supplementation Improved Hepatic Lipid Dysmetabolism Mediated by Gut Microbiota in High-Fat Diet(HFD)-Fed Mice[J]. *Nutrients*, 2022, 14(24): 5214.
- [14] 吴梅, 乔春莹, 叶欢, 等. 二氢槲皮素对高脂饲料联合酒精狂饮小鼠肝脏脂肪蓄积的干预机制[J]. *中国药理学通报*, 2020, 36(1): 147-148.
- WU M, QIAO C Y, YE H, et al. Dihydroquercetin inhibits mouse hepatic steatosis induced by high fat diet feeding plus acute ethanol binge[J]. *Chinese Pharmacological Bulletin*, 2020, 36(1): 147-148.
- [15] 郑今花. 二氢槲皮素基于NLRP3炎症小体通路调控酒精性脂肪肝与炎症的机制研究[D]. 延吉: 延边大学, 2017.
- ZHENG J H. Dihydroquercetin alleviates alcoholic fatty liver and inflammation via inhibition of NLRP3 inflammasome[D]. Yanji: Yanbian University, 2017.
- [16] 中华人民共和国国家卫生健康委员会. 国家卫生健康委员会通告(国卫通[2021]4号)[Z]. 2021-04-15.
- National Health Commission of the the People's Republic of China. Proclamation No.4, 2021 of the National Health Commission[Z]. 2021-04-15.
- [17] 刘东, 林书玉, 梁戈亮. 分光光度法测水红花子中花旗松素含量[J]. *现代生物医学进展*, 2008, 8(2): 331-332, 320.
- LIU D, LIN S Y, LIANG G L. Determination of the Content of Taxifolin in Princes-feather Fruit by Spectrophotometry[J]. *Progress in Modern Biomedicine*, 2008, 8(2): 331-332, 320.
- [18] 王宇, 王遂. 分光光度法测定落叶松中的总黄酮含量[J]. *食品科学*, 2009, 30(22): 314-317.
- WANG Y, WANG S. Determination of Total Flavonoids in Larch by Spectrophotometry[J]. *Food Science*, 2009, 30(22): 314-317.
- [19] 樊超, 钟艺青, 栗芸, 等. 荧光猝灭法研究二氢槲皮素和二氢杨梅素与牛血清白蛋白的相互作用[J]. *安徽医药*, 2018, 22(11): 2088-2091.
- FAN C, ZHONG Y Q, SU Y, et al. An interaction study of bovine serum albumin with dihydroquercetin and dihydromyricetin by fluorescence quenching method[J]. *Anhui Medical and Pharmaceutical Journal*, 2018, 22(11): 2088-2091.
- [20] 何静, 翟延君. 薄层扫描法测定水红花子花旗松素的含量[J]. *辽宁中医学院学报*, 2005, (6): 622-623.
- HE J, ZHAI Y J. Determination of taxifolin in *Polygonum orientale* by TLC scanning[J]. *Journal of Liaoning University of Traditional Chinese Medicine*, 2005, (6): 622-623.
- [21] 王明华, 王辰, 高云涛, 等. 花旗松素的电化学行为及其测定的研究[J]. *药物分析杂志*, 2010, 30(3): 534-537.
- WANG M H, WANG C, GAO Y T, et al. Study on the electrochemical behavior and determination of taxifolin[J]. *Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis*, 2010, 30(3): 534-537.
- [22] 姜鑫, 房安石, 杜维, 等. 不同产地文冠果种仁黄酮类成分的LC-MS/MS检测[J]. *中国油脂*, 2023, 48(5): 133-140.
- JIANG X, FANG A S, DU W, et al. LC-MS/MS detection of flavonoids in *Xanthoceras sorbifolium* Bunge kernel from different origins[J]. *China Oils and Fats*, 2023, 48(5): 133-140.
- [23] 叶诚, 王东鹏, 黄岭岭. HPLC-MS/MS法同时测定藤茶中5个黄酮类成分含量[J]. *药物分析杂志*, 2022, 42(12): 2195-2201.
- YE C, WANG D P, HUANG L L. Simultaneous determination of five flavonoids in leaves of *Ampelopsis grossedentata* by HPLC-MS/MS[J]. *Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis*, 2022, 42(12): 2195-2201.
- [24] 公丕学, 刘桂亮, 廉贞霞, 等. SPE净化-UPLC-MS/MS法测定食品中二氢槲皮素[J]. *食品工业*, 2022, 43(2): 290-295.
- GONG P X, LIU G L, LIAN Z X, et al. UPLC-MS/MS Determination of Dihydroquercetin in Food on Solid Phase Extraction and Purification[J]. *The Food Industry*, 2022, 43(2): 290-295.
- [25] 许亦峰. QuEChERS结合UPLC-MS/MS方法检测叶用甘薯中芦丁等7种黄酮类物质[J]. *福建农业科技*, 2021, 52(11): 55-62.
- XU Y F. Determination of Seven Flavonoids in the Leaf-used Sweet Potatoes by Means of QuEChERS Combined with UPLC-MS/MS[J]. *Fujian Agricultural Science and Technology*, 2021, 52(11): 55-62.
- [26] 闵捷, 饶毅, 吕尚, 等. HPLC法测定中药穿破石中花旗松素的含量[J]. *江西中医药大学学报*, 2017, 29(6): 79-81.
- MIN J, RAO Y, LYU S, et al. Content Determination of Taxifolin in Traditional Chinese Medicine Chuanposhi by HPLC[J]. *Journal of Jiangxi University of Chinese Medicine*, 2017, 29(6): 79-81.
- [27] 冉丹, 吴海智, 卢超, 等. HPLC法测定乳制品中DHQ含量[J]. *食品工业科技*, 2021, 42(21): 279-284.
- RAN D, WU H Z, LU C, et al. Determination of Dihydroquercetin in Dairy Products by HPLC[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2021, 42(21): 279-284.
- [28] 樊铁波, 刘红煜, 汤青, 等. HPLC法测定松针中二氢槲皮素含量[J]. *中国药师*, 2009, 12(8): 1046-1048.
- FAN T B, LIU H Y, TANG Q, et al. Determination the Content of Dihydroquercetin in Pine Needles by HPLC[J]. *China Pharmacist*, 2009, 12(8): 1046-1048.
- [29] 田超, 侯红萍. 高效液相色谱同时测定葡萄酒中12种酚含量

的研究[J]. 酿酒科技, 2018, 289(7): 65-69.

TIAN C, HOU H P. Simultaneous Determination of 12 Kinds of Monophenols in Grape Wine by HPLC[J]. Liquor-Making Science & Technology, 2018, 289(7): 65-69.

[30] 刘桂亮, 廉贞霞, 公丕学, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定

食品中二氢槲皮素[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(15): 280-285.

LIU G L, LIAN Z X, GONG P X, et al. Determination of dihydroquercetin in food by solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Food and Fermentation Industries, 2021, 47(15): 280-285.

(上接第 231 页)

- 刘长青(河北省疾病预防控制中心)

刘成伟(江西省疾病预防控制中心)

刘兆平(国家食品安全风险评估中心)

刘守钦(济南市疾病预防控制中心)

刘烈刚(华中科技大学公共卫生学院)

刘爱东(国家食品安全风险评估中心)

孙长颢(哈尔滨医科大学)

李 宁(国家食品安全风险评估中心)

李 黎(中华预防医学会)

李凤琴(国家食品安全风险评估中心)

李业鹏(国家食品安全风险评估中心)

李国梁(陕西科技大学食品与生物工程学院)

李静娜(武汉市疾病预防控制中心)

杨 方(福州海关技术中心)

杨 钧(青海省卫生健康委员会卫生监督所)

杨大进(国家食品安全风险评估中心)

杨小蓉(四川省疾病预防控制中心)

杨杏芬(南方医科大学公共卫生学院)

肖 荣(首都医科大学公共卫生学院)

吴永宁(国家食品安全风险评估中心)

何更生(复旦大学公共卫生学院)

何来英(国家食品安全风险评估中心)

何洁仪(广州市疾病预防控制中心)
- 聂俊雄(常德市疾病预防控制中心)

贾旭东(国家食品安全风险评估中心)

徐 娇(国家食品安全风险评估中心)

徐海滨(国家食品安全风险评估中心)

高志贤(军事科学院军事医学研究院)

郭云昌(国家食品安全风险评估中心)

郭丽霞(国家食品安全风险评估中心)

唐振柱(广西壮族自治区疾病预防控制中心)

黄 薇(深圳市疾病预防控制中心)

黄锁义(右江民族医学院药学院)

常凤启(河北省疾病预防控制中心)

崔生辉(中国食品药品检定研究院)

章 宇(浙江大学生物工程与食品学院)

章荣华(浙江省疾病预防控制中心)

梁进军(湖南省疾病预防控制中心)

程树军(广州海关技术中心)

傅武胜(福建省疾病预防控制中心)

谢剑炜(军事科学院军事医学研究院)

赖卫华(南昌大学食品学院)

裴晓方(四川大学华西公共卫生学院)

廖兴广(河南省疾病预防控制中心)

熊丽蓓(上海市疾病预防控制中心)

樊永祥(国家食品安全风险评估中心)