

# 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健酒中 14 种黄酮类成分的含量

刘正才<sup>1\*</sup>, 陈章捷<sup>2</sup>, 郭菁<sup>1</sup>, 郑健<sup>1</sup>, 王丹红<sup>1</sup>, 钱疆<sup>1</sup>

(1. 福州海关技术中心, 福建省检验检疫技术研究重点实验室, 福州 350001;

2. 福建省食品药品质量检验研究院, 福州 350001)

**摘要:** **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健酒中 14 种黄酮类成分含量的方法。**方法** 样品经乙腈水(2:8, V:V)稀释 10 倍后, 采用 Luna®C<sub>8</sub>(2) 100A (150 mm×2 mm, 3 μm)柱以 0.1%甲酸溶液和乙腈为流动相进行梯度洗脱分离, 电喷雾负离子化(electron spray ionization, ESI-)和多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)检测。**结果** 在 0~20.0 μg/L 范围内, 14 种目标化合物呈良好的线性关系, 相关系数( $r^2$ )大于 0.99, 方法的定量限( $S/N=10$ )为 0.4~33.0 μg/L; 14 种黄酮类化合物在 10.0、50.0 和 100.0 μg/L 3 个水平下的平均加标回收率为 78.8%~96.7%, 相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )为 2.8%~15.1%。**结论** 该方法简单、高效、灵敏、准确, 可用于同时测定保健酒中 14 种黄酮类成分的含量。

**关键词:** 保健酒; 黄酮类; 超高效液相色谱-串联质谱法

## Simultaneous determination of 14 kinds of flavones in health-care wine by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LIU Zheng-Cai<sup>1\*</sup>, CHEN Zhang-Jie<sup>2</sup>, GUO Jing<sup>1</sup>, ZHENG Jian<sup>1</sup>, WANG Dan-Hong<sup>1</sup>, QIAN Jiang<sup>1</sup>

(1. Technology Center of Fuzhou Customs District, Fujian Provincial Key Laboratory of Inspection and Quarantine Technology Research, Fuzhou 350001, China; 2. Fujian Institute for Food and Drug Quality Control, Fuzhou 350001, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for simultaneous determination of 14 kinds of flavones in health-care wine by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The sample was diluted with acetonitrile-water (2:8, V:V) for 10 times. The separation was performed on a Luna®C<sub>8</sub>(2) column(100A, 150 mm×2 mm, 3 μm) using a mobile phase gradient with 0.1% formic acid and acetonitrile. The determination was carried out with electrospray ion source under the negative mode with multiple-reaction monitoring (MRM) mode. **Results** This method had good linear relationships with correlation coefficients ( $r^2$ ) not less than 0.99 in the range of 0–20.0 μg/L. The limits of quantification (LOQ,  $S/N=10$ ) of 14 kinds of flavones were varied from 0.4 μg/L to 33.0 μg/L. At the spiked levels of 10.0, 50.0 and 100.0 μg/L, the average recoveries of the 14 kinds of flavones ranged from 78.8% to 96.7%, and the relative standard deviation (RSD,  $n=6$ ) was 2.8%–15.1%. **Conclusion** This method is simple, efficient, sensitive, and accurate, and can be used to

基金项目: 福建省科技计划项目(2018Y0086)

Fund: Supported by the Programs for Science and Technology Development of the Fujian Province (2018Y0086)

\*通讯作者: 刘正才, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 54369174@qq.com

\*Corresponding author: LIU Zheng-Cai, Senior Engineer, Technology Center of Fuzhou Customs District, Fuzhou 350001, China. E-mail: 54369174@qq.com

detect the 14 kinds of flavones in health-care wine.

**KEY WORDS:** health-care wine; flavones; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

## 1 引言

保健酒是以白酒或其他酒类为酒基,加以一些中药材浸泡、浸渍、蒸馏等方法制成的饮料酒,具有疏通经脉、行气和血等保健作用,保健酒市场是我国保健食品发展较好的一个分支<sup>[1]</sup>,庞大的保健酒市场要求我们对其产品质量与功效成分有更深的研究。由于通过中药材的浸出,保健酒中含有丰富的酚类、萜醌类、黄酮类、萜类等活性物质,因此具有滋补强壮、延缓衰老等保健作用<sup>[2,3]</sup>,而其中黄酮类化合物具有抗癌活性<sup>[4,5]</sup>、抗自由基<sup>[6,7]</sup>、抗氧化<sup>[8]</sup>、抗心血管疾病<sup>[9]</sup>等功效。由于不同药材植物内含有的黄酮类化合物种类和含量差异较大,因此建立一种简单、快速、准确、灵敏的同时测定保健酒中黄酮类化合物的分析方法显得尤为重要。

黄酮类化合物种类多,且大多数与不同糖结合成苷,较难测定,选择合理的测定方法是十分必要的。目前,黄酮类化合物常用的检测方法有分光光度法<sup>[10]</sup>、高效液相色谱法<sup>[11-13]</sup>、液相色谱-质谱联用法<sup>[14,15]</sup>等。分光光度法大部分只能测定总黄酮的含量,实际检测过程中由于色素等杂质干扰导致定量准确性差、重现性低;高效液相色谱法对黄酮类化合物的分离度要求高,分析时间较长;高效液相色谱-质谱联用法由于高通量、高选择性的优势,目前已成为分析检测黄酮类化合物的主要手段。目前黄酮类化合物的分析主要集中在某类植物的功能性成分的分析上<sup>[16,17]</sup>,而保健食品中黄酮类化合物的研究主要有蜂蜜、保健茶等保健食品<sup>[14,18]</sup>,关于保健酒中黄酮类成分的研究较少。因此建立一种选择性好,特异性强的保健酒中黄酮类成分含量测定方法非常重要,它可以对保健酒的风险评估和检测提供一定的参考依据。

本研究选取常见的、具有代表性的黄酮类化合物为研究对象,利用超高效液相色谱-串联质谱法,实现了保健酒中14种黄酮类化合物含量的同时测定,该方法快速、准确、抗干扰能力强。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与设备

ACQUITY UPLC 超高效液相色谱-串联质谱仪(配有电喷雾离子源,美国 Waters 公司);XK80-A 旋涡混合器(江苏新康医疗器械有限公司);HN200 多功能氮吹仪(济南海能仪器股份有限公司);Milli-Q 纯水系统(美国 Millipore 公司)。

### 2.2 对照品与试剂

对照品:白藜芦醇(CAS No.:501-36-0)、白藜芦醇苷(CAS No.: 65914-17-2)、白皮杉醇(CAS No.: 10083-24-6)、香橙素(CAS No.: 480-20-6)、芦丁(CAS No.:153-18-4)、槲皮素(CAS No.: 6151-25-3)、异槲皮苷(CAS No.: 21637-25-2)、根皮苷(CAS No.: 60-81-1)、山萘酚(CAS No.: 520-18-3)、山萘酚-3-O-芸香糖苷(CAS No.: 17650-84-9)、紫云英苷(CAS No.:480-10-4)、银杏素(CAS No.:481-46-9)、紫杉叶素(CAS No.: 480-18-2)、金松双黄酮(CAS No.: 521-34-6)(纯度均在 98.0%以上,北京中科质检生物技术有限公司);乙腈、甲醇[色谱纯,赛默飞世尔科技(中国)有限公司];甲酸(色谱纯,德国 Merck 公司);水为超纯水。

待测保健酒样品均采自福建省食品药品监督管理局日常抽检。

### 2.3 混合对照品溶液的配制

分别称取各黄酮类对照品各约 5 mg,置于 50 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解,定容至刻度,摇匀,再取 1 mL,置于 100 mL 棕色容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,即得。单标储备液逐级稀释成 6 个浓度梯度(5、10、20、50、100、200 ng/mL)的混合标准曲线。

### 2.4 供试品溶液的制备

取 5 mL 保健酒样品于 50 mL 容量瓶中,用乙腈水(2:8,V:V)稀释至刻度,混匀,过 0.22 μm 有机滤膜,其滤液作为样品溶液供 UPLC-MS/MS 检测分析。

### 2.5 液相色谱条件

色谱柱:Luna® C<sub>8</sub>(2) 100A (150 mm×2 mm, 3 μm);柱温:40 °C。流动相:A 为 0.1%甲酸水溶液,B 为乙腈;梯度洗脱程序:0~5 min,15% B 线性升至 90% B;5~7 min,90% B 不变,保持 2 min;8 min 降至初始流动相,保持 2 min。流速:0.3 mL/min。进样量:5 μL。

### 2.6 质谱条件

电离模式:电喷雾电离负离子模式;检测方式:多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式;离子源喷雾电压(ionspray voltage, IV):5000 V;气帘气压力(curtain gas, CG):0.275 Mpa;离子源温度:500 °C;雾化气压力(Gas 1):0.345 Mpa;加热辅助气压力(Gas 2):0.345 Mpa。定性、定量离子对、碰撞能量(CE)及去簇电压(DP)见表 1。

表 1 14 种黄酮类化合物的主要 MS/MS 参数  
Table 1 Main parameters for the 14 flavonoids by MS/MS

| 化合物                                       | 去簇电压/eV | 离子对 1             |         | 离子对 2             |         |
|---|---------|-------------------|---------|-------------------|---------|
|   |         | 子离子( <i>m/z</i> ) | 碰撞能量/eV | 子离子( <i>m/z</i> ) | 碰撞能量/eV |
| 芦丁(rutinum)                               | -140    | 609.2/300.0*      | -53     | 609.2/178.8       | -60     |
| 山奈酚-3-O-芸香糖苷<br>(kaempferol 3-rutinoside) | -120    | 593.2/284.9*      | -51     | 593.2/254.9       | -73     |
| 山萘酚(kaempferol)                           | -100    | 284.8/186.8*      | -30     | 284.8/92.9        | -40     |
| 异槲皮苷(isoquercitrin)                       | -110    | 463.1/178.9       | -44     | 463.1/300.2*      | -31     |
| 紫云英苷(astragalin)                          | -105    | 447.1/283.8*      | -37     | 447.1/254.8       | -49     |
| 紫杉叶素(taxifolin)                           | -100    | 303.1/284.8*      | -18     | 303.1/176.9       | -19     |
| 根皮苷(phlorizin)                            | -70     | 435.1/273.1*      | -20     | 435.1/167.2       | -40     |
| 槲皮素(quercetin)                            | -100    | 300.8/150.8*      | -30     | 300.8/178.9       | -26     |
| 香橙素(aromadendrin)                         | -80     | 286.8/258.9*      | -21     | 286.8/124.8       | -31     |
| 银杏素(ginkgetin)                            | -120    | 565.2/533.1*      | -38     | 565.2/389.1       | -42     |
| 金松双黄酮(sciadopitysin)                      | -120    | 579.2/547.1*      | -35     | 579.2/164.8       | -45     |

注: \*定量离子。

### 3 结果与分析

#### 3.1 质谱条件的优化

首先选择离子检测模式,分别考察了 14 种化合物在正、负离子模式下检测的响应情况,发现大部分黄酮类化合物适合于 ESI 负扫描模式,确定目标母离子后,再对母离子施加一定的碰撞能量,使其产生特定的子离子,然后优化各化合物二级质谱的源内碎裂电压、碰撞气能量(CE)等参数,得到二级质谱图。选择丰度较强且干扰较少的 2 对子离子,以 MRM 模式优化各化合物的质谱参数(见表 1)。

#### 3.2 色谱条件的选择与优化

##### 3.2.1 色谱柱的选择

由于保健酒常有中草药在其中长年浸泡,浸出物成分复杂,且 14 种黄酮类化合物的结构相似,因此为了有效进行组分分离,应当选取较长的色谱柱。本实验分别试用了不同型号的色谱柱: Luna® C<sub>8</sub>(2) 100 A (150 mm×2 mm, 3 μm)、Luna® C<sub>18</sub> (150 mm×2 mm, 3 μm)、Kinetex® C<sub>18</sub> (100 mm×2 mm, 2.6 μm),结果显示(见图 1),Luna® C<sub>8</sub>(2) 100A (150 mm×2 mm, 3 μm)色谱柱对各化合物的分离效果比较理想,且峰型较好。

##### 3.2.2 流动相的选择

分别考察了当使用甲醇-水、甲醇-0.1%甲酸、甲醇-5 mmol/L 乙酸铵水溶液、乙腈-水、乙腈-0.1%甲酸、乙腈-0.1%氨水、乙腈-5 mmol/L 乙酸铵水溶液作为流动相时,14

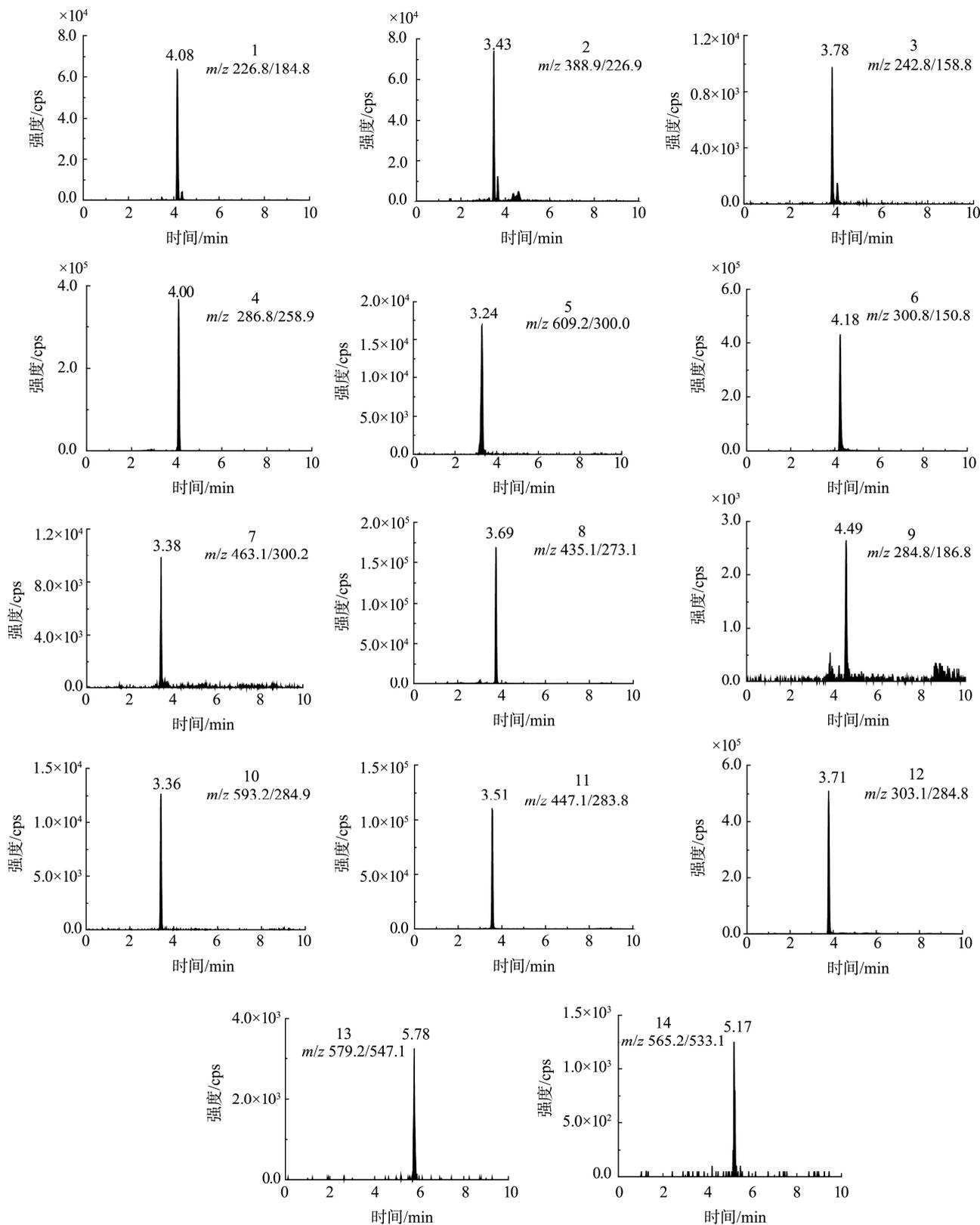
种黄酮类化合物的分离和响应情况。结果表明,加铵盐对大部分黄酮类化合物有明显的抑制作用,而加酸有改善峰型,增强响应值的作用,当采用乙腈-0.1%甲酸水溶液梯度洗脱法时各个化合物离子峰的分离效果较好(见图 1)。因此,本实验选择乙腈-0.1%甲酸水溶液为流动相。

#### 3.3 样品前处理

由于保健酒中含有 30%~60%的乙醇,而乙醇对黄酮类化合物有很好的溶解性,因此本实验分别比较了 C<sub>18</sub> 固相萃取净化、GCB 固相萃取净化、QuEChERS 净化以及直接稀释进样法对加标回收实验的影响。结果表明,当采用直接稀释进样法时,各个化合物均能获得较好的回收率(76.4%~103.5%),而 SPE 净化、QuEChERS 净化对黄酮类化合物的回收率并不能有所提高,因此本实验采用直接稀释法上样。

#### 3.4 基质效应的考察

由于大多保健酒中浸泡有不同的中药材,其浸出物中含有色素、中药类和糖类成分等干扰物质,因此需要考虑消除基质效应所带来的影响。本实验采用阴性药酒来配制基质曲线(0、5.0、10.0、20.0、50.0 ng/mL 5 个标准系列),用定容液配制同等浓度的标准曲线,以基质曲线与标准曲线的斜率之比来考察化合物的基质效应。结果表明,香橙素(+27%)、异槲皮苷(+37%)、紫杉叶素(+43%)有不同程度的基质增强效应,银杏素(-17%)、槲皮素(-28%)则有明显的抑制作用,因此,本方法通过配制基质标准混合曲线以及稀释样液来减弱基质效应的影响。



注: 1. 白藜芦醇; 2. 白藜芦醇苷; 3. 白皮杉醇; 4. 香橙素; 5. 芦丁; 6. 槲皮素; 7. 异槲皮苷; 8. 根皮苷; 9. 山萘酚; 10. 山奈酚-3-O-芸香糖苷; 11. 紫云英苷; 12. 紫杉素; 13. 金松双黄酮; 14. 银杏素。

图 1 14 种黄酮类化合物的质谱 MRM 谱图

Fig.1 MRM chromatograms of 14 flavonoids

### 3.5 方法学验证

按本文方法配制一系列质量浓度的混合标准溶液,在选定的色谱和质谱条件下测定后进行标准曲线的绘制。以目标组分峰面积( $Y$ )对目标组分的质量浓度( $X$ )作线性回归分析,得到线性范围、线性方程、相关系数(见表 2)。结果表明,14 种化合物在各自的线性范围内线性关系良好,相关系数( $r^2$ )均大于 0.99,适合定量分析。在保健酒空白样品中加入不同量的黄酮类混合标准品后,稀释后进行测定,对这些化合物的检出限和定量限进行评估,发现不同化合物的检出限和定量限差异较大,以 3 倍信噪比( $S/N=3$ )为检出限(limits of detection, LOD),14 种黄酮类化合物的检出限为 0.1~10.0  $\mu\text{g/L}$ ;以 10 倍信噪比( $S/N=10$ )为定量限(limits of quantification, LOQ),14 种黄酮类化合物的定量限为 0.4~33.0  $\mu\text{g/L}$ (见表 2)。

### 3.6 回收率和精密度

以空白保健酒作为添加回收实验的基质,加标水

平分别为 10.0、50.0、100.0  $\mu\text{g/L}$ ,按 2.4 节进行样品前处理,在 2.5 节和 2.6 节的条件下进行测定,通过配制基质标准混合曲线校正基质效应,每个加标水平做 6 组平行。结果见表 3,14 种黄酮类化合物在 10.0、50.0 和 100.0  $\mu\text{g/L}$  3 个水平下的平均加标回收率为 78.8%~96.7%,相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )为 2.8%~15.1%,满足定量分析的要求。

### 3.7 实际样品的测定

应用所建立的方法,对 15 批市售保健酒样品中 14 种黄酮类化合物进行测定,结果见表 4。样品测定结果显示共 5 批样品有检出,检出化合物分别为芦丁、异槲皮苷、山奈酚-3- $O$ -芸香糖苷,浓度含量在 7.0~1750  $\mu\text{g/L}$  之间;从检出的样品进行分析,浸泡有枸杞、人参中药材的 5 批次样品均有检出,另外有 2 批次的参酒类保健酒的样品没有检出,可能是这 2 种酒的人参原料配比不一样,标签标注有高粱、桂圆的 8 批次保健酒均未检出。

表 2 14 种黄酮类化合物的线性范围、线性方程、相关系数、检出限和定量限

Table 2 Linear ranges, linear equations, correlation coefficients( $r^2$ ), limits of detection(LODs) and limits of quantification(LOQs) of the 14 flavonoids

| 化合物                                       | 线性范围/ $(\mu\text{g/L})$ | 线性方程                                      | 相关系数( $r^2$ ) | LOD/ $(\mu\text{g/L})$ | LOQ/ $(\mu\text{g/L})$ |
|---|-------------------------|---|---------------|------------------------|------------------------|
| 白藜芦醇(resveratrol)                         | 2~50                    | $Y=8.97 \times 10^3 X - 2.44 \times 10^4$ | 0.99877       | 0.3                    | 1.0                    |
| 白藜芦醇苷(polydatin)                          | 2~50                    | $Y=5.41 \times 10^3 X - 7.84 \times 10^3$ | 0.99944       | 0.3                    | 1.0                    |
| 白皮杉醇(piceatannol)                         | 10~100                  | $Y=752.78 X - 1.58 \times 10^3$           | 0.99878       | 5.0                    | 16.5                   |
| 香橙素(aromadendrin)                         | 2~50                    | $Y=3.54 \times 10^4 X + 3.96 \times 10^3$ | 0.99957       | 0.1                    | 0.4                    |
| 芦丁(rutinum)                               | 2~50                    | $Y=2.53 \times 10^3 X + 342.41$           | 0.99983       | 1.2                    | 4.0                    |
| 槲皮素(querceetin)                           | 2~50                    | $Y=2.57 \times 10^4 X - 2.82 \times 10^4$ | 0.99945       | 1.0                    | 5.0                    |
| 异槲皮苷(isoquercitrin)                       | 2~50                    | $Y=4.48 \times 10^3 X + 1.19 \times 10^4$ | 0.99906       | 0.6                    | 2.0                    |
| 根皮苷(phlorizin)                            | 2~50                    | $Y=1.87 \times 10^4 X - 4.01 \times 10^4$ | 0.99779       | 0.3                    | 1.0                    |
| 山萘酚(kaempferol)                           | 2~50                    | $Y=511.14 X - 1.15 \times 10^3$           | 0.99908       | 5.5                    | 18.2                   |
| 山萘酚-3- $O$ -芸香糖苷(kaempferol 3-rutinoside) | 10~100                  | $Y=1.87 \times 10^4 X + 3.43 \times 10^4$ | 0.99882       | 1.0                    | 4.0                    |
| 紫云英苷(astragaln)                           | 2~50                    | $Y=1.18 \times 10^4 X - 1.02 \times 10^4$ | 0.99946       | 0.2                    | 0.7                    |
| 紫杉叶素(taxifolin)                           | 2~50                    | $Y=2.89 \times 10^4 X - 5.66 \times 10^4$ | 0.99854       | 0.5                    | 1.7                    |
| 金松双黄酮(sciadopitysin)                      | 10~100                  | $Y=251.33 X + 832.20$                     | 0.99959       | 10.0                   | 33.0                   |
| 银杏素(ginkgetin)                            | 10~100                  | $Y=378.44 X - 154.89$                     | 0.99920       | 10.0                   | 33.0                   |

注:  $Y$ : 峰面积;  $X$ : 质量浓度,  $\mu\text{g/L}$ 。

表 3 保健酒中 14 种黄酮类药物在 3 个加标水平下的回收率( $n=6$ )  
Table 3 Recoveries of 14 kinds of flavonoids in wine at three levels ( $n=6$ )

| 化合物          | 低水平   |       | 中水平   |       | 高水平   |       |
|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | 回收率/% | RSD/% | 回收率/% | RSD/% | 回收率/% | RSD/% |
| 白藜芦醇         | 90.9  | 3.8   | 95.6  | 4.5   | 96.7  | 3.9   |
| 白藜芦醇苷        | 81.5  | 2.8   | 82.7  | 3.2   | 83.9  | 3.0   |
| 白皮杉醇         | 80.2  | 15.1  | 82.5  | 12.1  | 84.6  | 10.3  |
| 香橙素          | 88.5  | 2.8   | 90.2  | 3.2   | 92.1  | 5.4   |
| 芦丁           | 80.1  | 6.2   | 91.2  | 6.3   | 84.2  | 5.1   |
| 槲皮素          | 92.0  | 4.6   | 92.5  | 5.4   | 92.6  | 6.0   |
| 异槲皮苷         | 82.5  | 5.9   | 82.9  | 3.5   | 84.2  | 4.9   |
| 根皮苷          | 92.5  | 4.2   | 93.1  | 3.9   | 92.1  | 4.5   |
| 山萘酚          | 89.8  | 6.5   | 91.5  | 6.2   | 93.2  | 6.1   |
| 山萘酚-3-O-芸香糖苷 | 90.4  | 7.6   | 89.9  | 8.1   | 92.5  | 4.9   |
| 紫云英苷         | 92.8  | 7.8   | 94.9  | 7.6   | 94.3  | 3.5   |
| 紫杉叶素         | 93.7  | 3.4   | 95.4  | 3.9   | 93.5  | 3.1   |
| 金松双黄酮        | 85.1  | 13.4  | 85.6  | 12.1  | 82.5  | 9.8   |
| 银杏素          | 78.8  | 14.6  | 81.2  | 10.5  | 82.6  | 12.6  |

表 4 15 批保健酒中 14 种黄酮类化合物的含量( $n=3$ )  
Table 4 Contents of the 14 kinds of flavonoids in 15 batches of health wine ( $n=3$ )

| 批号 | 芦丁/( $\mu\text{g/L}$ ) | 异槲皮苷/( $\mu\text{g/L}$ ) | 山萘酚-3-O-芸香糖苷/( $\mu\text{g/L}$ ) | 其他 11 种黄酮类/( $\mu\text{g/L}$ ) |
|----|------------------------|--------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| 1  | 326.5 $\pm$ 13.2       | 112.8 $\pm$ 6.8          | ND                               | ND                             |
| 2  | 1750.7 $\pm$ 52.5      | 29.7 $\pm$ 1.8           | 107.3 $\pm$ 6.4                  | ND                             |
| 3  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 4  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 5  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 6  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 7  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 8  | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 9  | 696.8 $\pm$ 20.9       | 82.9 $\pm$ 2.5           | 27.7 $\pm$ 1.7                   | ND                             |
| 10 | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 11 | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 12 | 102.1 $\pm$ 5.1        | 7.0 $\pm$ 0.4            | 15.8 $\pm$ 0.9                   | ND                             |
| 13 | 21.2 $\pm$ 1.5         | 11.3 $\pm$ 0.8           | 11.0 $\pm$ 0.8                   | ND                             |
| 14 | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |
| 15 | ND                     | ND                       | ND                               | ND                             |

注: ND 表示未检出。

## 4 结 论

本研究通过对质谱、色谱条件的选择与优化,建立了超高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健酒中 14 种黄酮类成分的方法,该方法简单、快速、灵敏度高,可满足保健酒中黄酮类化合物含量测定的要求。对 15 批次保健酒样品中 14 种黄酮类化合物进行定性定量分析,检出 3 种黄酮类化合物,不同中药材浸泡的保健酒中黄酮类化合物含量差异较大,该方法的建立为保健酒中功效成分黄酮类化合物的检测提供依据,同时也对保健酒的品质监测和评估具有重要的意义。

## 参考文献

- [1] 王玉洁,王倩,胡正伟,等. 浅析中国保健酒市场的现状及应用前景[J]. 农产品加工, 2009, (6): 89-90, 93  
Wang YJ, Wang Q, Hu ZW, *et al.* Analysis on the current situation and application prospects of Chinese health wine market [J]. *Farm Prod Process*, 2009, (6): 89-90, 93.
- [2] 江长源,王勤,黄玮岚,等. 传统保健酒中功效成分的检测和稳定性研究[J]. 酿酒科技, 2008, 165(3): 78-80.  
Jiang CY, Wang Q, Huang WL, *et al.* Measurement of efficient compositions in traditional health wine and research on its stability [J]. *Mak Sci Technol*, 2008, 165(3): 78-80.
- [3] 张亚楠,孙宝国,孙金沅,等. 11 种保健酒中挥发性成分的分析[J]. 食品科学, 2016, 37(16): 106-111.  
Zhang YN, Sun BG, Sun JY, *et al.* Analysis of volatile compounds in 11 kinds of health wines [J]. *Food Sci*, 2016, 37(16): 106-111.
- [4] 刘星雨,周敏,孙体健. 天然黄酮类化合物的药理活性及分离提取[J]. 中国药物与临床, 2014, 14(5): 621-624.  
Liu XY, Zhou M, Sun TJ. Pharmacological activity and extraction of natural flavonoids [J]. *Chin Remed Clin*, 2014, 14(5): 621-624.
- [5] 曾佑炜. 黄酮抗癌作用研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2016, 28(11): 1838-1844.  
Zeng YW. Review on anticancer effects of plant-based flavonoids [J]. *Nat Prod Res Dev*, 2016, 28(11): 1838-1844.
- [6] 马娇,高蕾,施月,等. 景天三七总黄酮的纯化、自由基清除活性及初步鉴定[J]. 食品工业科技, 2019, 40(4): 207-213.  
Ma J, Gao L, Shi Y, *et al.* Purification, free radical scavenging activity and preliminary identification of total flavonoids from *Sedum aizoon* [J]. *Food Ind Tech*, 2019, 40(4): 207-213.
- [7] 范艳丽,韩丽娜,付丽霞,等. 枸杞叶黄酮类化合物体外清除自由基作用研究[J]. 中国调味品, 2017, 42(12): 32-37.  
Fan YL, Han LN, Fu LX, *et al.* Study on freeradical scavenging effect of flavonoids from *Lycium barbarum* leaves *in vitro* [J]. *China Cond*, 2017, 42(12): 32-37.
- [8] 方玉梅,张春生,谭萍,等. 金针菇黄酮类化合物的抗氧化性作用[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(3): 15-18.  
Fang YM, Zhang CS, Tan P, *et al.* The anti-oxidation of the flammulina velutipes flavonoids [J]. *Food Res Dev*, 2012, 33(3): 15-18.
- [9] 张怀民,杨虹,郑海洲. 天然黄酮类化合物防治心脑血管疾病的研究进展[J]. 中国新药与临床杂志, 2016, 35(10): 704-708.  
Zhang HM, Yang H, Zhen HZ. Research progress of natural flavonoids in prevention and treatment of Cardiovascular and cerebrovascular diseases [J]. *Chin J New Drugs Clin Rem*, 2016, 35(10): 704-708.
- [10] 刘玉芬,夏海涛,杨树平. 紫外分光光度法测定剑麻花中总黄酮的含量[J]. 食品科学, 2005, 9: 418-419.  
Liu YF, Xia HT, Yang SP. Quantitative determination of total flavonoids in sisal flower by UV spectrophotometer [J]. *Food Sci*, 2005, 9: 418-419.
- [11] 戴胜,秦亚东,梁枫. UPLC 同时测定野菊花药材中 10 个黄酮和有机酸的含量[J]. 药物分析杂志, 2019, 3: 451-457.  
Dai S, Qin YD, Liang F. Simultaneous determination of flavonoids and organic acids in chrysanthemum indicum by UPLC [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2019, 3: 451-457.
- [12] 梁佳文,刘艾洁,马冰馨,等. 高效液相色谱法同时测定荷叶中 6 种黄酮类成分[J]. 植物科学学报, 2015, 33(6): 861-866.  
Liang JW, Liu AJ, Ma BX, *et al.* Simultaneous determination of six flavonoid compounds in lotus leaves by high performance liquid chromatography [J]. *Plant Sci J*, 2015, 33(6): 861-866.
- [13] 朱诗塔,周巧玲,金苹,等. 高效液相色谱法测定不同产地枇杷叶中的 3 种黄酮类成分[J]. 色谱, 2016, 34(10): 1011-1014.  
Zhu ST, Zhou QL, Jin P, *et al.* Determination of three flavonoids in loquat leaves from different producing areas by high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Chromatogr*, 2016, 34(10): 1011-1014.
- [14] 蒋娅兰,黄芳,毋福海,等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定银杏保健茶中的 16 种黄酮类功效成分[J]. 色谱, 2015, 33(10): 1032-1039.  
Jiang YL, Huang F, Wu FH, *et al.* Simultaneous determination of 16 flavonoids in the ginkgo dietary supplement tea by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2015, 33(10): 1032-1039.
- [15] 王笑笑,周勇,俞婷婷,等. UPLC-MS/MS 法分析 10 种不同蜜源蜂蜜中的黄酮类组分[J]. 药物分析杂志, 2016, 12: 2180-2189.  
Wang XX, Zhou Y, Yu TT, *et al.* Flavonoids components analysis of ten different kind of nectar honey by UPLC-MS/MS [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2016, 12: 2180-2189.
- [16] 宫雪,张博,辛广,等. 食用菌中黄酮类物质的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2821-2827.  
Gong X, Zhang B, Xin G, *et al.* Research progress of flavonoids in edible fungi [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(7): 2821-2827.
- [17] 段宙位,李维国,窦志浩,等. 沉香叶黄酮类化合物的提取及其抗氧化活性[J]. 食品科学, 2015, 36(6): 45-50.  
Duan ZW, Li WG, Dou ZH, *et al.* Extraction and antioxidant activity of flavonoids from *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg leaves [J]. *Food Sci*, 2015, 36(6): 45-50.
- [18] 牛之瑞,冯雪,胡赠彬,等. 高效液相色谱-离子阱-飞行时间质谱法定性分析蜂蜜中的黄酮类未知物[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(23): 6210-6215.  
Niu ZR, Feng L, Hu ZB, *et al.* Qualitative analysis of unknown flavonoids in honey by high performance liquid chromatography-ion trap-time of flight tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(23): 6210-6215.

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



刘正才, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留检测分析。  
E-mail: 54369174@qq.com