

高效液相色谱法同时测定红美人柑橘不同组织中 12 种类黄酮化合物

张芳芳, 张今君, 夏慧丽*, 朱欢智
(台州市食品检验检测中心, 台州 318000)

摘 要: **目的** 建立一种同时测定红美人柑橘中 12 种类黄酮化合物(圣草次苷、芸香柚皮苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、野漆树苷、香蜂草苷、枸橼苷、柚皮素、橙皮素、川皮苷和橘皮素)的高效液相色谱方法。**方法** 样品采用甲醇水溶液超声提取, 采用 SunFire C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)分离, 甲醇-水(含 0.2%乙酸)体系作为流动相, 梯度洗脱, 287 nm 波长下检测分析。**结果** 12 种类黄酮化合物在各自相应的范围内线性关系良好, 相关系数(r)均不小于 0.9998, 12 种类黄酮化合物的检出限为 0.08~0.50 μg/mL, 3 个浓度添加水平的加标回收率范围为 90.25%~110.80%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 1.69%~3.70%。**结论** 该方法准确度和精密度较高, 简便快速, 适用于红美人柑橘中类黄酮化合物的快速检测。红美人柑橘中的类黄酮化合物主要以橙皮苷、芸香柚皮苷和香蜂草苷为主, 其在果皮和果肉中的含量存在明显差异。

关键词: 高效液相色谱法; 红美人; 类黄酮化合物; 不同组织

Simultaneous determination of 12 kinds of flavonoids in different parts of 'Hongmeiren' citrus by high performance liquid chromatography

ZHANG Fang-Fang, ZHANG Jin-Jun, XIA Hui-Li*, ZHU Huan-Zhi

(Taizhou Food Inspection Centre, Taizhou 318000, China)

ABSTRACT: Objective To develop a method for the simultaneous determination of 12 kinds of flavonoids (eriocitrin, narirutin, naringin, hesperidin, neohesperidin, rhoifolin, didymin, poncirin, naringenin, hesperetin, nobiletin and tangeretin) in 'Hongmeiren' citrus by high performance liquid chromatography. **Methods** The sample were ultrasonically extracted with methanol solution, separated by SunFire C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) using methanol and 0.2% acetic acid aqueous solution as mobile phases by gradient elution, and detected at 287 nm. **Results** All 12 kinds of flavonoids compounds had good linearity within their respective ranges, the correlation coefficients (r) were not less than 0.9998, the limits of detection of 12 kinds of flavonoids were in the range of 0.08–0.50 μg/mL, the spiked recoveries were 90.25%–110.80% at 3 concentration added levels, and the relative standard deviations (RSDs) were in the range of 1.69%–3.70%. **Conclusion** This method has high accuracy and precision, and is simple and rapid, which is suitable for simultaneous detection of flavonoids compounds in 'Hongmeiren'. The main flavonoid compounds in 'Hongmeiren' citrus are hesperidin, naringin and didymin, and the

基金项目: 台州市科技计划项目(1901ny06)

Fund: Supported by the Science and Technology Planning Project of Taizhou City (1901ny06)

*通信作者: 夏慧丽, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: 64463403@qq.com

*Corresponding author: XIA Hui-Li, Ph.D, Professor, Taizhou Food Inspection Centre, No.788, Donghai Road, Jiaojiang District, Taizhou 318000, China. E-mail: 64463403@qq.com

amounts and distributions have significant differences in the peel and pulp.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; ‘Hongmeiren’ citrus; flavonoids compounds; different parts

0 引 言

红美人又名爱媛 28, 是引自日本的杂柑类品种^[1], 因其在结果习性、外观、品质等方面表现较为突出, 成为各地主推的柑橘新品种之一。目前红美人的市场定价存在一定的差异, 售价在 20~120 元/kg 不等, 人们对红美人果品质量的评判大都停留在外观、口感等感官指标上, 当前与红美人相关的研究主要集中在不同产地的引种表现及栽培技术方面^[2~5], 而对其中的黄酮、酚酸等功效成分尚缺少系统的研究, 在一定程度上阻碍了红美人柑橘的商品化开发。

柑橘中含有丰富的生物活性物质^[6~8], 主要包括酚酸和黄酮等成分, 其中类黄酮化合物具有较强的抗氧化、抑菌、抗炎、抗癌及预防心血管疾病等功效^[9~13]。目前柑橘中已鉴定出的类黄酮化合物主要有黄酮、黄烷酮、花青苷和黄酮醇 4 大类, 其中黄烷酮是柑橘中含量最丰富的类黄酮化合物^[14~15]。柑橘中黄酮的含量与品种、果实部位紧密相关, 不同品种、不同产地柑橘中黄酮含量有明显差异^[16~21]。王智聪等^[22]研究发现类黄酮化合物在西柚果皮、囊衣和果瓣中的含量和分布差异显著, 其中柚皮芸香苷和柚皮苷的含量差异较大; 蒋变玲等^[23]通过对比研究砂糖橘、脐橙、芦柑和蜜桔 4 种柑橘果皮中的主要活性物质, 发现芦柑皮中总黄酮的含量最高。

目前柑橘中类黄酮化合物的检测方法主要是高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)^[24~27], 该方法具有适用范围广、分离性能好、分析速度快、灵敏度高、重现性好等优点, 但现有方法仍存在检测的类黄酮物质数目少、前处理方法复杂等缺陷^[28~29]。在基础上, 本研究根据类黄酮化合物的特性, 拟对样品提取条件和色谱条件进行优化, 结合高效液相色谱-二极管阵列检测法特异性好、操作简便等优点, 建立同时测定红美人柑橘中 12 种类黄酮化合物的高效液相色谱法, 同时比较红美人柑橘果肉和果皮等不同组织中类黄酮化合物的分布特征, 以期为开发红美人柑橘中的功效成分提供方法和数据基础。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

红美人柑橘: 供试品分别采自浙江的台州黄岩、宁波象山、衢州衢江和丽水莲都 4 个地区的主要生产基地。按代表性采样原则, 分别从 4 个基地各选取 10 家树龄一致、长势相近的健康植株 3 株, 每株树上选择大小和成熟度一致、无病虫害、无机械损伤的果实各 10 个。实验前用超纯水清洗外皮、晾干, 样品的果肉和果皮分别经四分法取样, 组织捣碎机粉碎后, -18℃冷冻保存。

圣草次苷、芸香柚皮苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、野漆树苷、香蜂草苷、川皮苷、枸橼苷、柚皮素、橙皮素和橘皮素标准品(纯度大于 97.3%, 上海安谱实验科技股份有限公司); 甲醇、乙腈(色谱纯, 安徽天地高纯溶剂有限公司); 甲酸、乙酸(色谱纯, 上海麦克林生化科技有限公司); 氨水(分析纯, 浙江汉诺化工科技有限公司); 二甲基甲酰胺(化学纯, 西陇科学股份有限公司)。

1.2 仪器与设备

e2695+2998 高效液相色谱仪(配二极管阵列检测器和 Empower3 数据处理系统)、SunFire C₁₈ 色谱柱、Xbridge C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)(美国 Waters 公司); MS204S 分析天平(感量 0.0001 g, 瑞士梅特勒-托利多集团); ST16 离心机(赛默飞世尔科技中国有限公司); SK7200HP 超声清洗机(上海科导超声仪器有限公司); Milli-Q Advantage A10 超纯水机(美国 Millipore 公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 标准曲线绘制

准确称取每种标准品各 20 mg(精确至 0.1 mg), 分别置于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇(橙皮苷, 先加适量二甲基甲酰胺溶解)超声溶解, 并稀释至刻度, 配制成质量浓度为 2.0 mg/mL 标准储备液(-18℃保存)。使用前, 用甲醇逐级稀释, 得到质量浓度分别为 5.0、10.0、20.0、30.0、100.0 和 200.0 μg/mL 的混合标准工作溶液, 对橙皮苷标准品, 增加 400.0、600.0 和 1000.0 μg/mL 的标准曲线工作点。以标准溶液质量浓度为横坐标(X, μg/mL), 化合物峰面积为纵坐标(Y)绘制标准工作曲线。

1.3.2 样品前处理

称取 2.00 g 样品置于 50 mL 离心管中, 果皮中加入 20 mL 80%甲醇水溶液, 果肉中加入 20 mL 50%甲醇水溶液, 超声 30 min, 定容至 25 mL, 于 8000 r/min 离心 5 min, 取适量上清液过 0.22 μm 滤膜, 上机测试。

1.3.3 色谱条件

色谱柱: SunFire C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 35℃; 检测波长: 287 nm; 进样体积: 10.00 μL; 流速: 1.0 mL/min; 流动相: 甲醇-0.2%乙酸水溶液。梯度洗脱条件见表 1。

表 1 梯度洗脱条件
Table 1 Gradient elution conditions

流动相	洗脱时间/min							
	0	2	15	18	25	28	30	35
V _{甲醇} /%	30	30	50	70	90	98	30	30
V _{0.2%乙酸水溶液} /%	70	70	50	30	10	2	70	70

2 结果与分析

2.1 仪器条件的优化

2.1.1 检测波长的选择

采用 HPLC-二极管阵列检测器对 200 $\mu\text{g/mL}$ 类黄酮混合标准溶液进行最大吸收光谱扫描, 发现圣草次苷、芸香柚皮苷、柚皮苷、新橙皮苷、香蜂草苷、川皮苷、枸橼苷、柚皮素和橙皮素在 287 nm 左右有最大吸收峰, 而野漆树苷和橘皮素在 330 nm 左右有最大吸收峰。因此, 本研究分别选择在 287 和 330 nm 波长下同时对 12 种类黄酮化合物进行分析, 结果见图 1。从图 1 发现, 330 nm 波长下圣草次苷、芸香柚皮苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、香蜂草苷、枸橼苷这 7 种类黄酮化合物峰高相对较低, 287 nm 波长下野漆树苷和橘皮素的峰高有所降低, 但 12 种化合物均得到较好的响应值, 且峰形尖锐, 为提高检测的灵敏度, 本研究选择 287 nm 为最终检测波长。

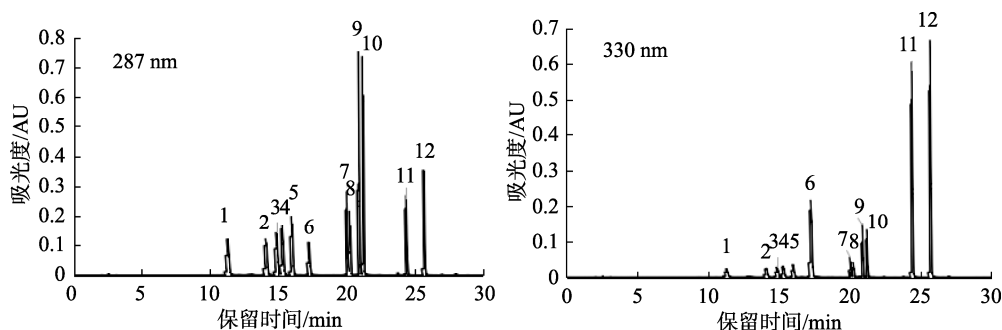
2.1.2 色谱柱的选择

为了使红美人柑橘中 12 种类黄酮物质在较短分析时间内达到有效分离并具有良好峰形, 本研究比较了 Waters SunFire C₁₈ 和 Xbridge C₁₈ 两种色谱柱对 12 种类黄酮化合

物的分离影响。由图 2 可以看出, Xbridge C₁₈ 色谱柱不能较好地将 12 种类黄酮化合物进行分离, 而使用 Waters SunFire C₁₈ 色谱柱时, 12 种类黄酮物质出峰完全, 且峰形尖锐, 各峰之间无影响。因此, 本研究选择 SunFire C₁₈ 色谱柱进行分离。

2.1.3 流动相的选择

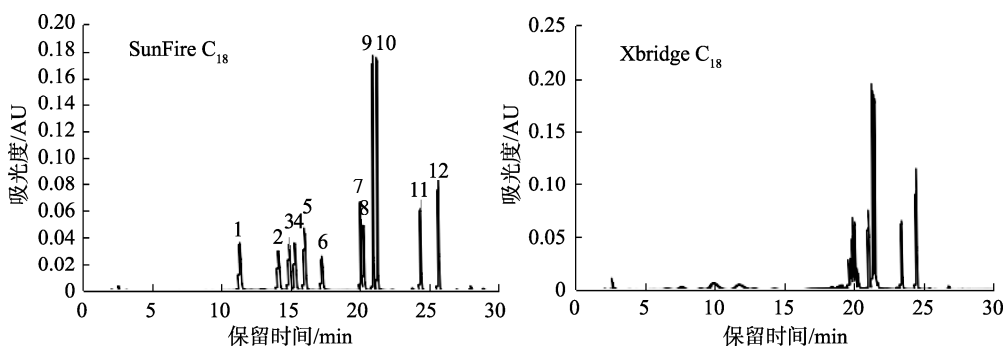
温雅婷^[28]在测定柑橘果皮中类黄酮物质时, 选用乙腈和甲醇作为流动相, 在梯度洗脱的条件下, 发现甲醇作为有机相时目标物分离效果较佳, 因此, 本研究选用甲醇作为有机相。由于类黄酮化合物带有酚羟基, 在水中会发生部分解离并与固定相作用加强, 会导致拖尾, 所以在流动相中加入有机酸调节 pH 可抑制解离, 有效克服拖尾现象^[29]。另外, 本研究比较了 0.2% 乙酸-甲醇、0.1% 甲酸-甲醇和 0.2% 甲酸-甲醇 3 组流动相对 12 种目标化合物的峰形及响应影响, 结果显示, 3 组流动相条件下, 各目标化合物峰形优异, 其中 0.2% 乙酸-甲醇流动相中各目标物响应较高, 因此, 本研究选择 0.2% 乙酸-甲醇作为流动相, 对梯度条件进行优化, 优化后 12 种类黄酮化合物得到良好分离, 且各目标物均具有良好峰形和较高响应。12 种类黄酮化合物色谱图见图 3。



注: 1. 圣草次苷; 2. 芸香柚皮苷; 3. 柚皮苷; 4. 橙皮苷; 5. 新橙皮苷; 6. 野漆树苷; 7. 香蜂草苷; 8. 枸橼苷; 9. 柚皮素; 10. 橙皮素; 11. 川皮苷; 12. 橘皮素。

图 1 12 种类黄酮在 330 nm 和 287 nm 波长下的色谱图

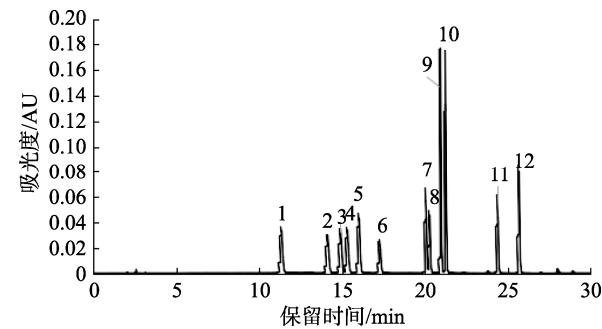
Fig.1 Chromatograms of 12 kinds of flavonoids under 330 nm and 287 nm wavelengths



注: 1~12 代表的化合物名称同图 1。

图 2 不同色谱柱的分离色谱图(50 $\mu\text{g/mL}$)

Fig.2 Chromatograms of different columns (50 $\mu\text{g/mL}$)



注: 1~12 代表的化合物名称同图 1。

图 3 12 种类黄酮化合物的色谱图(50 µg/mL)

Fig.3 Chromatogram of 12 kinds of flavonoids (50 µg/mL)

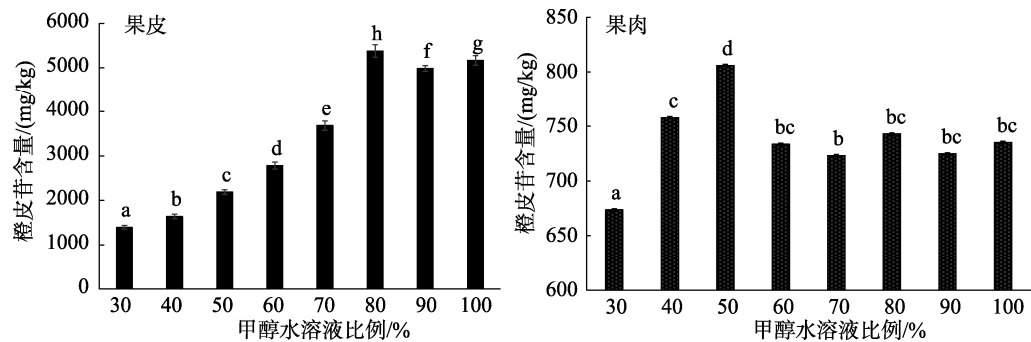
2.2 提取条件的优化

称取样品 2.00 g, 分别加入体积比 30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、100%的甲醇水溶液 25 mL, 超声提取 30 min, 重复测定 3 次。以橙皮苷为例, 在加入不同

提取溶剂的情况下, 红美人果皮和果肉中橙皮苷提取含量的变化如图 4 所示。从图 4 可以看出, 橙皮柑随提取液中甲醇含量的增加先增大后减小。增加提取溶剂中甲醇的含量, 有利于样品中类黄酮化合物的浸出, 但提取溶剂中甲醇含量太高, 反而不利于类黄酮化合物的浸出, 其原因可能是甲醇的极性较大。综上, 果皮在 80%甲醇水溶液中提取含量最高, 果肉在 50%甲醇水溶液中提取含量最高。

2.3 线性范围、检出限和定量限

在优化的色谱条件下, 对 1.3.1 节配制的标准工作溶液进行测定, 并绘制标准曲线, 溶剂外标法定量。以 3 倍信噪比(S/N)计算检出限, 10 倍信噪比(S/N)计算定量限。各类黄酮化合物的线性方程、线性范围、相关系数、检出限和定量限如表 2 所示。结果表明 12 种类黄酮化合物在给定的质量浓度范围内, 相关系数 r 均不小于 0.9998, 线性关系良好。



注: 采用 Duncan's 多重比较, 不同小写字母表示组间差异显著, $P<0.05$ 。

图 4 提取溶剂的优化($n=3$)

Fig.4 Optimization of extraction solvent ($n=3$)

表 2 12 种黄酮化合物的线性方程、线性范围、相关关系、检出限和定量限

Table 2 Linear equations, linear ranges, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation 12 kinds of flavonoids

化合物	线性方程	线性范围/(µg/mL)	相关系数(r)	检出限/(µg/mL)	定量限/(µg/mL)
圣草次苷	$Y=7.620045\times10^3X$	2.0~200.0	0.9998	0.48	1.60
芸香柚皮苷	$Y=7.251328\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.49	1.63
柚皮苷	$Y=8.064600\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.48	1.60
橙皮苷	$Y=8.811838\times10^3X$	2.0~1000.0	0.9999	0.45	1.50
新橙皮苷	$Y=9.732262\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.35	1.17
野漆树苷	$Y=5.113366\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.50	1.67
香蜂草苷	$Y=8.013011\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.25	0.83
枸橼苷	$Y=6.886048\times10^3X$	2.0~200.0	0.9998	0.28	0.93
柚皮素	$Y=1.901649\times10^4X$	2.0~200.0	0.9999	0.08	0.27
橙皮素	$Y=1.801452\times10^4X$	2.0~200.0	0.9999	0.09	0.30
川皮苷	$Y=8.137598\times10^3X$	2.0~200.0	0.9999	0.26	0.87
橘皮素	$Y=1.061056\times10^4X$	2.0~200.0	0.9999	0.15	0.50

2.4 精密度和回收率

准确称取相同质量的同批次红美人果皮样品, 根据已测定的本底值进行 3 个浓度水平的加标回收实验, 每个水平测定 6 次($n=6$)。样品的平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)见表 3。从表 3 可知, 红美人果皮中 12 种类黄酮的平均回收率为 90.25%~110.80%, RSDs 为 1.69%~3.70%。表明方法的准确度和精密度较高, 适用于红美人柑橘中类黄酮的检测分析。

表 3 精密度和回收率结果($n=6$)
Table 3 Results of precision and recoveries ($n=6$)

化合物	本底值 /(mg/kg)	添加水平 /(mg/kg)	测的浓度 /(mg/kg)	加标回收 率/%	RSDs/%
圣草次苷	ND	400.0	432.8	108.20	3.70
		800.0	886.4	110.80	3.02
		1600.0	1702.4	106.40	2.53
芸香柚皮苷	1135.8	400.0	1499.8	91.00	2.36
		800.0	1888.0	94.02	2.66
		1600.0	2659.8	95.25	1.95
柚皮苷	ND	400.0	377.0	94.25	3.26
		800.0	730.2	91.28	1.91
		1600.0	1477.8	92.36	2.36
橙皮苷	5378.6	2000.0	7345.8	98.36	2.03
		4000.0	9657.6	107.00	2.36
		8000.0	13803.6	105.30	2.33
新橙皮苷	ND	400.0	369.5	92.37	3.62
		800.0	770.1	96.26	3.52
		1600.0	1524.0	95.25	2.64
野漆树苷	ND	400.0	417.2	104.30	2.36
		800.0	818.8	102.40	1.96
		1600.0	1706.8	106.70	2.52
香蜂苷	479.88	400.0	684.5	102.30	1.93
		800.0	906.7	106.70	2.56
		1600.0	1325.5	105.70	2.41
枸橼苷	ND	400.0	361.0	90.25	2.36
		800.0	730.0	91.25	1.95
		1600.0	1493.8	93.36	2.65
柚皮素	ND	400.0	420.8	105.20	1.69
		800.0	852.8	106.60	2.06
		1600.0	1656.1	103.50	2.61
橙皮素	ND	400.0	433.7	108.40	1.88
		800.0	882.4	110.30	2.36
		1600.0	1739.3	108.70	2.55
川皮苷	ND	400.0	381.4	95.35	2.36
		800.0	738.1	92.26	2.99
		1600.0	1506.6	94.16	2.51
橘皮素	ND	400.0	361.0	90.25	3.65
		800.0	742.6	92.82	3.25
		1600.0	1492.0	93.25	2.65

注: ND 表示未检出, 下同。

2.5 红美人果皮和果肉中类黄酮含量分析

取从浙江省 4 个不同产区采集的 40 批次红美人样品, 按照 1.3.2 制备样品, 得到红美人果皮和果肉试样。每个样品取平行样 3 份, 按照 1.3 方法对样品进行检测, 结果见表 4。

从表 4 中数据可以看出, 红美人柑橘果皮和果肉中的类黄酮主要以橙皮苷、芸香柚皮苷和香蜂草苷为主, 其余 9 种类黄酮含量相对较少, 果肉中均未检出; 橙皮苷、芸香柚皮苷和香蜂草苷 3 者占总黄酮的比例超过 97%, 其中橙皮苷含量最高; 红美人果皮中类黄酮的含量约是果肉中含量的 6 倍, 表明红美人柑橘果皮、果肉等不同组织中类黄酮含量存在明显差异。

表 4 红美人果皮和果肉中类黄酮含量
Table 4 Flavonoid content in ‘Hongmeiren’ peel and pulp

化合物	果皮/(mg/kg)	果肉/(mg/kg)
橙皮苷	5378.65±231.35	806.06±83.12
芸香柚皮苷	1135.82±302.48	292.76±32.26
香蜂草苷	879.88±186.56	123.62±18.57
圣草次苷	12.98±1.28	ND
柚皮苷	ND	ND
新橙皮苷	ND	ND
野漆树苷	132.38±21.33	ND
枸橼苷	26.45±9.72	ND
柚皮素	10.28±2.18	ND
橙皮素	4.02±1.24	ND
川皮苷	ND	ND
橘皮素	ND	ND
总计	7580.46	1222.44

3 结 论

与现有 NY/T 2014—2011《柑桔类水果及制品中橙皮苷、柚皮苷含量的测定》和 NY/T 2336—2013《柑桔类水果及制品中橙皮苷、柚皮苷含量的测定》中的液相色谱法相比, 本研究建立的检测方法可同时测定红美人柑橘中 12 种类黄酮化合物; 该方法样品前处理过程简单, 直接用甲醇水溶液超声提取目标化合物, 避免了有机溶剂热提取, 减少了干扰, 具有检测成本低、简便快速、精密度和准确度高、分离效果好等优点, 适用于柑橘中类黄酮化合物的快速检测分析。

红美人柑橘中的类黄酮化合物主要以橙皮苷、芸香柚皮苷和香蜂草苷为主, 其中橙皮苷含量最高。各类黄酮含量在红美人果皮和果肉中的含量存在明显差异, 但其组分含量产地特征及相关性方面的研究尚需进一步深入。

参考文献

- [1] 柯甫志, 徐建国, 孙建华, 等. 日本柑橘新品种——红美人[J]. 浙江柑橘, 2011, 28(4): 22–24.
KE PZ, XU JG, SUN JH, *et al.* A new citrus variety of Japan—‘Hongmeiren’ [J]. Zhejiang Ganju, 2011, 28(4): 22–24.
- [2] 黄永敬, 吴文, 曾继吾, 等. “红美人”杂柑在粤西地区的引种表现及栽培技术要点[J]. 中国南方果树, 2020, 49(6): 149–151.
HUANG YJ, WU W, ZENG JW, *et al.* Introduction performance and key points of cultivation techniques of ‘Hongmeiren’ in Yuexi area [J]. South China Fruits, 2020, 49(6): 149–151.
- [3] 张仁杰, 安学君, 张艳, 等. 柑桔新品种“红美人”在黄岩的引种表现及注意事项[J]. 中国果菜, 2017, 37(11): 82–84.
ZHANG RJ, AN XJ, ZHANG Y, *et al.* Introduction performance and attention of new citrus variety ‘Hongmeiren’ in Huangyan area [J]. China Fruit Veget, 2017, 37(11): 82–84.
- [4] 黄振东, 王鹏, 徐建国, 等. 浙东地区‘红美人’杂柑果实品质与土壤和叶片养分的关系[J]. 果树学报, 2020, 37(1): 88–97.
HUANG ZD, WANG P, XU JG, *et al.* Relationship between fruit quality and nutrients in soil and leaves of ‘Hongmeiren’ citrus hybrid cultivated in eastern Zhejiang Province [J]. J Fruit Sci, 2020, 37(1): 88–97.
- [5] 胡章琼, 林永高, 郭德章, 等. 杂柑红美人在福州的引种表现及主要栽培技术[J]. 福建农业科技, 2018, (2): 15–17.
HU ZQ, LIN YG, GUO DZ, *et al.* Introduction performance and main cultivation techniques of tangerine ‘Ehime 28’ in Fuzhou City [J]. Fujian Agric Sci Technol, 2018, (2): 15–17.
- [6] 吴梅青, 李俊雅, 陈丹. 柑橘皮中总黄酮提取工艺及降血糖活性的试验研究[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(5): 56–59.
WU MQ, LI JY, CHEN D. Study on extraction technology and hypoglycemic effect of total flavonoids from citrus peels [J]. Food Res Dev, 2018, 39(5): 56–59.
- [7] CHEN XM, TAIT AR, KITTS DD. Flavonoid composition of orange peel and its association with antioxidant and anti-inflammatory activities [J]. Food Chem, 2017, 218: 15–21.
- [8] BHATT V, BHATI GS, GUPTA S. Evaluation of free radical scavenging behaviour and antioxidant activity in various citrus fruits [J]. Eur J Adv Eng Technol, 2016, 3(3): 40–44.
- [9] 李珍柱, 苏学素, 焦必宁, 等. 柑橘中类黄酮的前处理及检测技术研究进展[J]. 食品工业科技, 2018, 39(4): 329–336.
LI ZZ, SU XS, JIAO BN, *et al.* Advances on pretreatment and determination technologies for flavonoids in citrus [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, 39(4): 329–336.
- [10] GABRILE M, FRASSINETTI S, CALTAVUTURO L, *et al.* Citrus bergamia powder: Antioxidant, antimicrobial and anti-inflammatory properties [J]. J Funct Foods, 2017, 31: 255–265.
- [11] BARRECA D, GATTUSO G, BELLOCCO E, *et al.* Flavanones: Citrus phytochemical with health-promoting properties [J]. Biofactors, 2017, 43(4): 495–506.
- [12] LI JJ, DONG YH, HAO GZ, *et al.* Naringin suppresses the development of glioblastoma by inhibiting FAK activity [J]. J Drug Target, 2017, 25(1): 41–48.
- [13] KIM YJ, CHOI MS, WOO JT, *et al.* Long-term dietary supplementation with low-dose nobiletin ameliorates hepatic steatosis, insulin resistance, and inflammation without altering fat mass in diet-induced obesity [J]. Mol Nutr Food Res, 2017, 61(8): 1600889.
- [14] 黎程凤, 秦磊磊, 杨年华, 等. 柑橘醋中黄酮类化合物含量及其与总黄酮含量关系研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(1): 90–94, 109.
LI CF, QIN LL, YANG NH, *et al.* Study on the relationship between the content of flavonoids and total flavonoids in citrus vinegar [J]. China Cond, 2020, 45(1): 90–94, 109.
- [15] 李小英, 李亦武, 付茉莉, 等. 柑橘黄酮的含量与功效分析[J]. 现代食品, 2021, 6: 79–82.
LI XY, LI YW, FU ML, *et al.* Analysis on the content and efficacy of citrus flavonoids [J]. Mod Food, 2021, 6: 79–82.
- [16] 张东峰, 陈家豪, 郭静, 等. 7 种柑橘多酚、黄酮含量及其抗氧化活性比较研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(6): 69–74.
ZHANG DF, CHEN JH, GUO J, *et al.* Comparative study on the polyphenol, flavonoid and antioxidant activity of seven varieties of citrus [J]. Food Res Dev, 2019, 40(6): 69–74.
- [17] 许引, 吕小健, 李明, 等. 14 种柑橘皮中多甲氧基黄酮成分分析[J]. 食品科学, 2019, 40(8): 136–140.
XU Y, LV XJ, LI M, *et al.* Analysis of polymethoxy flavones in citrus peels of different varieties [J]. Food Sci, 2019, 40(8): 136–140.
- [18] 黄胜佳, 叶霜, 熊博, 等. 柑橘果肉、果皮中酚类物质含量差异性研究[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(4): 241–247.
HUANG SJ, YE S, XIONG B, *et al.* Study of different content of phenolic compounds in citrus pulps and peels [J]. Food Ferment Ind, 2018, 44(4): 241–247.
- [19] 林媚, 平新亮, 徐程楠, 等. 温州蜜柑和红美人果实中类黄酮及酚酸特征研究[J]. 农产品质量与安全, 2018, (6): 43–48.
LIN M, PING XL, XU CN, *et al.* Feature study on flavonoids and phenolic acids in Satsuma mandarin and Beni madonna [J]. Qual Saf Agro-prod, 2018, (6): 43–48.
- [20] XU Y, LV X, YANG GL, *et al.* Simultaneous separation of six pure polymethoxy flavones from sweet orange peel extract by high performance counter current chromatography [J]. Food Chem, 2019, 292: 160–165.
- [21] NIPORNAM S, TOCHAMPA W, RATTANTRAIWONG P, *et al.* Optimization of low power ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from mandarin (*Citrus reticulata* Blanco cv. Sainampung) peel [J]. Food Chem, 2018, 241: 338–345.
- [22] 王智聪, 沙跃兵, 余笑波, 等. 高效液相色谱仪测定西柚不同组织中的 10 种柑橘黄酮类化合物[J]. 安徽农学通报, 2016, 22(18): 99–103.
WANG ZC, SHA YB, YU XB, *et al.* Determination of 10 citrus flavonoids in different parts of grapefruit by high performance liquid chromatography [J]. Anhui Agric Sci Bull, 2016, 22(18): 99–103.
- [23] 蒋雯玲, 王志花, 张东京, 等. 四种柑橘果皮主要活性物质测定和抗氧化能力对比研究[J]. 阜阳师范大学学报(自然科学版), 2021, 38(1): 51–56.
JIANG BL, WANG ZH, ZHANG DJ, *et al.* Determination of main bioactive compounds and comparison of antioxidant capacity of four cultivars of citrus peels [J]. J Fuyang Norm Univ (Nat Sci), 2021, 38(1): 51–56.
- [24] 谢辉, 陈亚, 雷爱玲, 等. SPE-HPLC-DAD 法同时检测柑橘药用资源中

- 黄烷酮类和川陈皮素成分[J]. 天然产物研究与开发, 2019, 31: 1365–1371.
- XIE H, CHEN Y, LEI AIL, *et al.* Simultaneous determination of flavanones and nobletin in citrus medicinal resources by using SPE-HPLC-DAD methods [J]. Nat Prod Res Dev, 2019, 31: 1365–1371.
- [25] 刘洋, 方迅, 胡爽, 等. 高效液相色谱法检测不同品种柑橘类果皮多甲氧基黄酮[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(15): 123–128.
- LIU Y, FANG X, HU S, *et al.* Determination of polymethoxy flavonoids in different varieties of citrus peel by high performance liquid chromatography [J]. Food Res Dev, 2020, 41(15): 123–128.
- [26] 岳超, 赵维良, 郭增喜, 等. 高效液相色谱法同时测定不同来源柑橘幼果中 10 种类黄酮化合物和香豆素类化合物[J]. 理化检验-化学分册, 2021, 57(1): 52–56.
- YUE C, ZHAO WL, GUO ZX, *et al.* Simultaneous determination of 10 flavonoids and coumarins in green aurantii fructus from different origins by HPLC [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2021, 57(1): 52–56.
- [27] 刘文静, 潘葳. 柑橘属果实中类黄酮成分的高效液相色谱标准化测定方法[J]. 中国农学通报, 2018, 34(32): 157–164.
- LIU WJ, PAN W. Determining flavonoids in citrus fruits using HPLC standardized method [J]. Chin Agric Sci Bull, 2018, 34(32): 157–164.
- [28] 温雅婷. 高效液相色谱法快速测定柑橘果皮中 8 种类黄酮[J]. 当代化工, 2017, 46(6): 1260–1266.
- WEN YT. Rapid determination of eight kinds of flavonoids in citrus peel by high performance liquid chromatography [J]. Contemp Chem Ind, 2017, 46(6): 1260–1266.
- [29] 付陈梅, 吴桂苹, 苏学素, 等. 液相色谱法测定柑橘果实中类黄酮的方法研究[J]. 食品与发酵工业, 2008, 34(2): 121–125.
- FU CM, WU GP, SU XS, *et al.* Study on the HPLC method for determination of flavonoids in citrus fruits by high performance liquid chromatography [J]. Food Ferment Ind, 2008, 34(2): 121–125.

(责任编辑: 郑 丽 张晓寒)

作者简介



张芳芳, 工程师, 主要研究方向为农产品检测与分析。

E-mail: 236484865@qq.com



夏慧丽, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 64463403@qq.com