

# 黔产中药材绿豆衣薄层色谱鉴别方法研究

卢婷 姚斌<sup>1</sup>

(贵州省黔东南州食品药品检验检测中心, 贵州 凯里 556011)

**【摘要】:** 目的: 研究绿豆衣薄层色谱鉴别方法, 为黔产绿豆衣的质量标准建立提供依据。方法: 以聚酰胺薄膜板, 正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿(6: 2: 2: 1) 的上层液为展开剂, 展开后喷以 1% 三氯化铝溶液后晾干, 置紫外灯光(365nm) 下检视, 与对照品牡荆素、异牡荆素比较。结果: 绿豆衣药材与对照品牡荆素、异牡荆素在聚酰胺薄膜板相应位置上显相同颜色的荧光斑点。结论: 该方法简单可行, 重现性好, 结果可靠, 可用于绿豆衣薄层色谱标准的制定。

**【关键词】:** 绿豆衣 中药材 薄层色谱

**【中图分类号】:** R282.5 **【文献标识码】:** A **【文章编号】:** 1003-6563(2022)01-0015-04

绿豆衣是在泡发绿豆后揉搓下来的种皮晒干后得到的一种物品, 为豆科菜豆属植物绿豆的种子皮(即绿豆皮), 富含膳食纤维、黄酮类物质(主要是牡荆素<sup>[1]</sup>、异牡荆素<sup>[2]</sup>) 等具有生物活性的化学成分, 在体内具有重要的生理作用, 是维持人体健康不可缺少的营养素<sup>[3]</sup>。有报道证实绿豆的食疗保健功效主要来自其种子皮<sup>[4]</sup>。本次实验采用薄层色谱法对绿豆衣中牡荆素、异牡荆素进行定性研究, 以期为黔产绿豆衣的质量标准建立提供参考依据。

## 1 仪器与材料

### 1.1 仪器

AL104 电子天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); DFY-500 高速中药粉碎机(温岭市林大机械有限公司); 卡玛 LINOMATAT5 半自动点样器。

### 1.2 材料

薄层板: 浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂出品聚酰胺薄膜(批号: 160726); 青岛胜海精细硅胶化工有限公司硅胶 G 板(批号: 130525); 天津思利达科技有限公司硅胶 GF254(批号: 130515); 上海国药集团化学试剂有限公司聚酰胺薄膜(批号: 20170417)。

试剂: 正丁醇(分析纯); 乙酸(分析纯); 氯仿(分析纯); 氨试液(分析纯); 甲醇(分析纯); 纯化水。

对照品: 牡荆素(批号: 101213, 含量 $\geq$ 98%, 中国食品药品检定研究院); 异牡荆素(批号 100304, 含量 $\geq$ 98%, 江苏永健医药科技有限公司)。

样品: 贵州思南县合朋溪镇群河村(编号为样品 1、2), 瓮安县天文镇乌江村(编号为样品 3、4), 凯里市舟溪镇石青村(编号为

**作者简介:** 卢婷(1986-), 女, 苗族, 主管药师, 从事药品检验及质量研究。

样品 5、6)三地的绿豆衣样本。

## 2 方法与结果

### 2.1 供试品溶液的制备

取药材粉末 0.5g, 加入 1mL 氨试液湿润, 再加入 60%甲醇 20mL 超声 30min, 滤过, 滤液挥干, 加入 2mL 甲醇使残渣溶解, 作为供试品溶液。

### 2.2 对照品溶液的制备

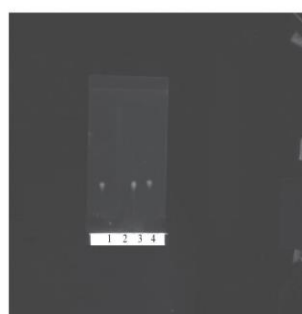
称取牡荆素、异牡荆素对照品适量, 分别加 60%甲醇溶解, 制成浓度为 0.1mg/mL 溶液, 作为对照品溶液。

### 2.3 不同展开剂的考察

参照《中国药典》2015 年版四部 0502 薄层色谱法<sup>[5]</sup>, 依次吸取牡荆素对照品、绿豆衣样品 1、绿豆衣样品 2、异牡荆素对照品各溶液 5 μL, 点于同一已活化的聚酰胺薄膜板上, 根据其主要含牡荆素、异牡荆素拟定以下展开条件: 甲苯: 甲醇: 乙酸 (15: 5: 1)、醋酸乙酯: 甲酸: 水 (8: 1: 1) 及正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿 (6: 2: 2: 1) 的上层液为展开剂, 展开前, 把聚酰胺薄膜板置于展开缸饱和半小时, 展开后喷以 1%三氯化铝溶液后晾干, 置紫外灯光 (365nm) 下检视, 试验结果显示以正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿 (6: 2: 2: 1) 的上层液为展开剂, 所得斑点较为圆整清晰, 分离度好。详见图 1。



(a) 展开剂: 甲苯: 甲醇: 乙酸 (15: 5: 1) (b) 展开剂: 正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿 (6: 2: 2: 1)



(c) 展开剂: 醋酸乙酯: 甲酸: 水 (8: 1: 1)

1-牡荆素对照品; 2-绿豆衣样品1; 3-绿豆衣样品2;  
4-异牡荆素对照品。

载体: 浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂出品聚酰胺薄膜 (批号: 160726); 显色剂: 1%三氯化铝; 温度: 17℃; 湿度: 32%。

图 1 绿豆衣 TLC 鉴别展开剂考察

#### 2.4 绿豆衣 TLC 不同填料板考察

按照《中国药典》2015 年版四部 0502 薄层色谱法<sup>[5]</sup>, 分别吸取牡荆素对照品、绿豆衣样品 1、绿豆衣样品 2、异牡荆素对照品各溶液 5  $\mu$ L, 分别点于已活化硅胶 G 板(批号: 130525)、硅胶 GF254(批号: 130515)、聚酰胺薄膜(批号: 160726)三个不同填料的薄层板上, 以正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿(6: 2: 2: 1)的上层液为展开剂, 同法操作。结果显示聚酰胺薄膜板上效果最佳。结果见图 2。

通过对不同展开剂、不同填料薄层板的考察, 最终确定以正丁醇: 乙酸: 水: 氯仿(6: 2: 2: 1)的上层液为展开剂, 取三个不同产地即: 贵州思南县合朋溪镇群河村(编号为样品 1、2)、瓮安县天文镇乌江村(编号为样品 3、4)、凯里市舟溪镇石青村(编号为样品 5、6)的绿豆衣样品在聚酰胺薄膜板上进行以下方法的耐用性考察。点样顺序为: 牡荆素对照品、绿豆衣样品 1、绿豆衣样品 2、绿豆衣样品 3、绿豆衣样品 4、绿豆衣样品 5、绿豆衣样品 6、异牡荆素对照品。

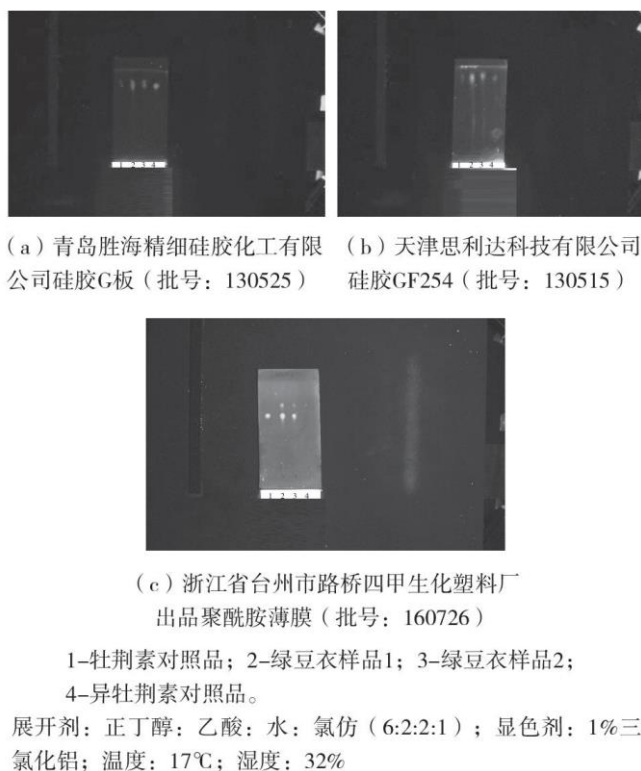


图 2 绿豆衣 TLC 不同填料板考察

#### 2.5 不同温度的考察

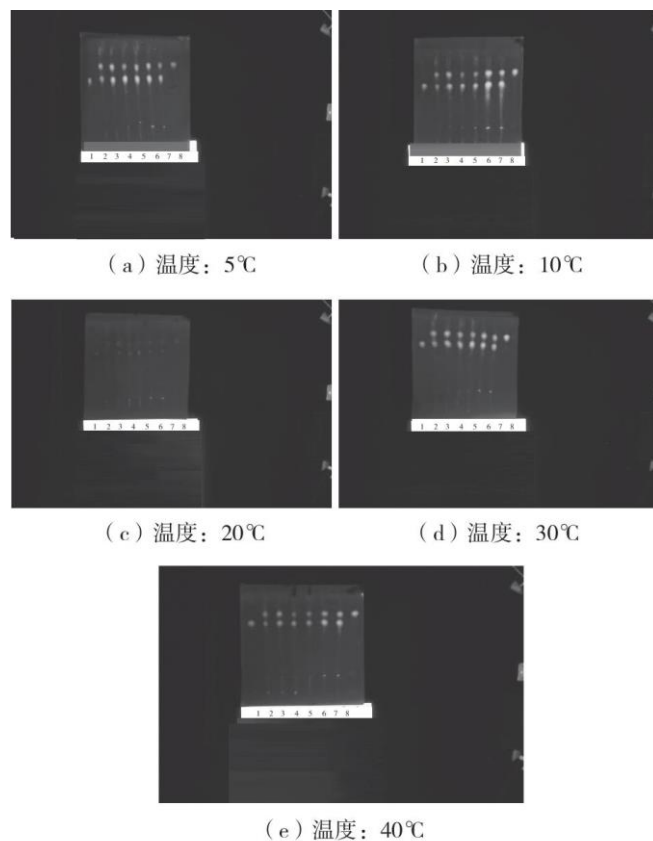
进行了低温(5℃, 10℃)、室温(20℃)和高温(30℃, 40℃)的考察, 结果均较好, 详见图 3。

#### 2.6 不同湿度考察

进行了低湿度(30%)、中等湿度(50%)和高湿度(70%)的考察, 结果显示, 不同湿度下都能较好分离。具体见图 4。

## 2.7 不同厂家薄层板考察

共试验两个厂家的聚酰胺薄膜板，分别为浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂和上海国药集团化学试剂有限公司，分离效果佳，所得斑点较为圆整清晰。具体见图 5。



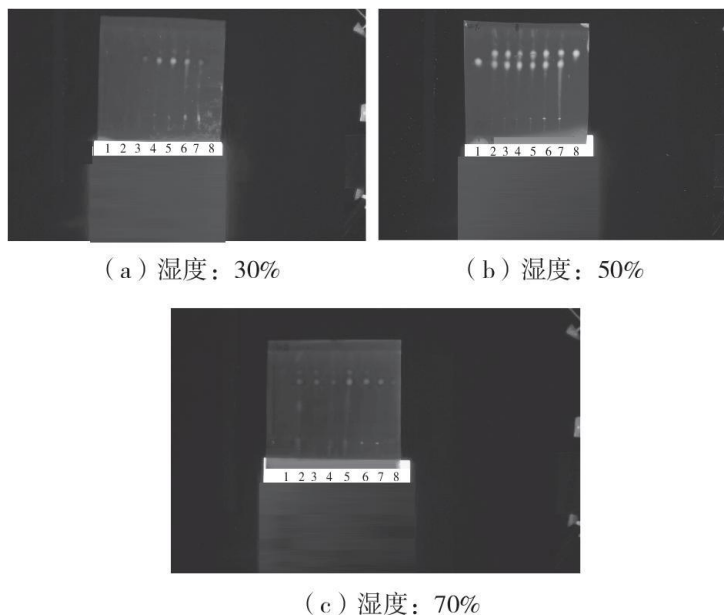
1-牡荆素对照品；2-绿豆衣样品1；3-绿豆衣样品2；4-绿豆衣样品3；5-绿豆衣样品4；6-绿豆衣样品5；7-绿豆衣样品6；8-异牡荆素对照品。

载体：浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂出品聚酰胺薄膜（批号：160726）；展开剂：正丁醇：乙酸：水：氯仿（6：2：2：1）；显色剂：1%三氯化铝；湿度：50%。

图 3 绿豆衣 TLC 不同温度考察

## 3 讨论

本次实验通过对不同薄层板及展开剂的比较，发现用硅胶 G 薄层板、GF254 薄层板，以甲苯：甲醇：乙酸(15：5：1)、醋酸乙酯：甲酸：水(8：1：1)为展开剂，所得薄层色谱均不甚理想。进一步筛选后，确定以聚酰胺薄膜板，正丁醇：乙酸：水：氯仿(6：2：2：1)的上层液为展开剂，展开后喷以 1%三氯化铝溶液后晾干，置紫外灯光(365nm)下检视，所得斑点圆整清晰，分离度好，可作为绿豆衣薄层色谱试验条件。



1-牡荆素对照品；2-绿豆衣样品1；3-绿豆衣样品2；4-绿豆衣样品3；5-绿豆衣样品4；6-绿豆衣样品5；7-绿豆衣样品6；8. 异牡荆素对照品。  
 载体：浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂出品聚酰胺薄膜（批号：160726）；展开剂：正丁醇：乙酸：水：氯仿（6：2：2：1）；显色剂：1%三氯化铝；温度：30℃。

图4 绿豆衣 TLC 不同湿度考察



(a) 浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂出品聚酰胺薄膜（批号：160726）  
 (b) 上海国药集团化学试剂有限公司聚酰胺薄膜（批号：20170417）  
 1-牡荆素对照品；2-绿豆衣样品1；3-绿豆衣样品2；4-绿豆衣样品3；5-绿豆衣样品4；6-绿豆衣样品5；7-绿豆衣样品6；8-异牡荆素对照品。  
 展开剂：正丁醇：乙酸：水：氯仿（6：2：2：1）；显色剂：1%三氯化铝；温度：30℃；湿度：50%。

图5 绿豆衣 TLC 不同厂家薄层板考察

本次实验采用薄层色谱法对贵州三个不同产地的绿豆衣进行了试验,通过对温度、湿度、不同厂家薄层板的考察,发现温度、湿度、不同厂家薄层板对分离效果均无影响,方法耐用性佳。本方法适合南方湿度较大的环境,重现性好,方法简便,可作为贵州产绿豆衣质量标准检验依据。

---

**参考文献:**

- [1] 杜冠商, 罗磊, 张向辉, 等. 绿豆皮牡荆素提取纯化及抗氧化活性研究[J]. 农产品加工, 2020(19):5.
- [2] 陶明芳, 李荣, ELKHEDIR A E, 等. 发芽绿豆皮主要活性成分异牡荆素对秀丽隐杆线虫的延寿作用[C]//中国食品科学技术学会第十六届年会暨第十届中国食品业高层论坛论文摘要集. 2019.
- [3] 邓志汇, 王娟. 绿豆皮与绿豆仁的营养成分分析及对比[J]. 现代食品科学, 2010(26):6.
- [4] 卫莉, 钟秀珍, 张宝才, 等. 绿豆皮中黄酮类化合物的提取及定量测定[J]. 郑州轻工业学院学报, 2001(1):58-62.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 四部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015:57-59.