

Кондратьева Лариса Михайловна,
к.х.н., доцент, Ангарский государственный технический университет,
e-mail:kondrateva_lm@mail.ru

Свердлова Ольга Леонидовна,
к.т.н., доцент, Ангарский государственный технический университет,
e-mail:olgav273@mail.ru

Добрынина Надежда Николаевна,
к.х.н., доцент, Ангарский государственный технический университет,
e-mail: @mail.ru

АНАЛИЗ ОБРАЗЦА ДИГИДРОКВЕРЦЕТИНА НА СОДЕРЖАНИЕ ПРИМЕСЕЙ

Kondratyeva L.M., Sverdlova O.L., Dobrynina N.N.

ANALYSIS OF A SAMPLE OF DIHYDROQUERCETIN FOR CONTENT IMPURITIES

Аннотация. Проведен хроматографический анализ образца дигидрокверцетина, полученного с помощью мембранной очистки, на содержание в нем примесей - кверцетина, аромандрина, нарингенина и лютеолина. По данным исследований чистота полученного дигидрокверцетина соответствует стандартному образцу.

Ключевые слова: дигидрокверцетин, кверцетин, аромандрин, нарингенин, лютеолин, хроматография, мембранная очистка, время удержания, интегральное спектральное отношение пиков.

Abstract. A chromatographic analysis of a sample of dihydroquercetin obtained using membrane purification was carried out for the content of impurities - quercetin, aromadendrin, naringenin, and luteolin. According to the research data, the purity of the obtained dihydro-vcercetin corresponds to the standard sample.

Keywords: digidroqbuercetin, quercetin, aromadendrin, naringin, luteolin, chromatography, membrane purification, retention time, integral spectral ratio of peaks.

Основным аналитическим методом характеристики состава экстрактивных веществ древесины лиственницы, определения примесей в препаратах дигидрокверцетина является метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Данный метод, кроме основного компонента – дигидрокверцетина, позволяет идентифицировать в исследуемых образцах присутствие минорных веществ, содержание которых может варьироваться в диапазоне от 0,1 до 1-5% [1]. Для исследования использовали образцы ДГК-1 и ДГК-2, содержащие дигидрокверцетин и примеси. Отметим, что в данных образцах содержится дигидрокверцетин, полученный с помощью мембранной очистки [2]. Хроматографический анализ проводили на жидкостном хроматографе «Милихром А-02». В качестве элюентов использовали водные растворы трифторуксусной кислоты с концентрацией 0,1М и KH_2PO_4 с концентрацией 0,05М и $\text{pH}=3$, в качестве органических модификаторов элюентов – метанол или ацетонитрил. Содержание дигидрокверцетина в образцах рассчитывали по методу внешней стандартизации с использованием в качестве стандарта государственного

стандартного образца (ГСО) дигидрокверцетина (ООО «Флавир»). Чистота основного вещества составляет 89,3 и 92,5%, соответственно. Поиск возможных примесей в составе образцов ДГК-1 и ДГК-2 проводили в ряду «постоянных» сопутствующих компонентов – аромандрина, кверцетина, нарингина, а также лютеолина. Пики данных соединений на хроматограммах образцов идентифицировали с использованием двух критериев – время удерживания t_R и интегральное спектральное отношение пиков R – отношение площадей пиков, зарегистрированных при одновременном детектировании на различных длинах волн, а также методом добавок и изменением условий хроматографии. Хроматограмма для образца ДГК-1 идентична с хроматограммами для образцов ДГК-2 и ГСО не только по содержанию основного вещества, но и по числу присутствующих примесей, из которых легко идентифицируется аромандрин. Отсутствие в образцах нарингина исследовано методом добавок. Для ответа о присутствии в образцах кверцетина и лютеолина были изменены условия хроматографии – ОФ сорбент и система элюентов. Так как при использовании водного раствора ТФУ и ацетонитрила хроматографический анализ характеризуется совпадением в пределах погрешности значений времени удерживания для кверцетина и лютеолина ($t_R=6,78\pm 0,11$ мин.), поэтому на хроматограмме их пики практически полностью перекрываются, что не позволяет провести идентификацию с требуемой надежностью на уровне концентраций данных веществ в исследуемых образцах. Смена сорбента не дала желаемого результата, в то время как заменой в элюенте ацетонитрила на метанол удалось существенно повысить селективность хроматографической системы. В модифицированных условиях хроматографии пики кверцетина и лютеолина разделяются с высоким разрешением, но кверцетин и нарингин характеризуются близкими значениями удерживания. Так как ранее было показано отсутствие в исследуемых образцах нарингина, идентификация пика кверцетина проведена с высокой надежностью.

Таким образом, исследованные образцы ДГК-1 и ДГК-2 содержат до 95% дигидрокверцетина. В качестве примесей в составе указанных образцов идентифицированы аромандрин и кверцетин, суммарное содержание которых не превышает 3,58 и 3,7% соответственно. Нарингин и лютеолин не найдены выше предела обнаружения использованной методики.

ЛИТЕРАТУРА

1. Евсевлеева Л.Г., Емельянов В.И. // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2007. Т.50. Вып. 10 С 126-128.
2. Зенкевич И.Г., Ещенко А.Ю., Макаров В.Г., Колесник А.Ю. // Материалы X Международного съезда ФИТОФАРМ-2006. СПб. 2006. С.93.