

Рекомендована д.ф.н., професором А.Г.Сербінім

УДК 543.51:577.115.3:581.46:582.734.3

ХРОМАТО-МАС-СПЕКТРОМЕТРИЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ЛІПОФІЛЬНОЇ ФРАКЦІЇ КВІТОК CRATAEGUS ARNOLDIANA SARG.

А.М.Ковальова, Н.В.Сидора, О.М.Александров, А.Л.Вількер

Національний фармацевтичний університет
Український науково-дослідний інститут екологічних проблем
Харківський державний університет ім. В.Н.Каразіна

Хромато-мас-спектрометричним методом проведено визначення якісного складу та кількісного вмісту ліпофільних сполук хлороформної фракції квіток *C. arnoldiana* Sarg. Було ідентифіковано 10 ліпофільних сполук: 6 насичених жирних кислот та 1 ефір: 2-бутанова, додеканова, тетрадеканова, етиловий ефір міристинової кислоти, 9,12-октадеканова кислота, гексадеканова кислота, октадеканова кислота; 3 вуглеводні: гексадекан, пентадекан, октадекан. Найбільший кількісний вміст (%) визначено для гексадеканової (35,50), октадеканової (10,37) кислот та пентадекану (0,51).

Глід Арнольда *Crataegus arnoldiana* Sarg. належить до родини розові (Rosaceae) секції *Molles* Sarg. та походить з Північної Америки, а в Україні вирощується як садово-паркова культура [4, 5, 7, 6]. Рослина нефармакопейна, її хімічний склад практично не вивчений. Відомо, що представники роду глід є джерелом одержання проціанідинів та флавоноїдів, які відповідають за кардіотонічний та гіпотензивний ефекти. Інші групи біологічно активних речовин (БАР) вивчались недостатньо [3, 8, 10]. Як ми повідомляли раніше, фітохімічним дослідженням листя, плодів та квіток г. Арнольда було встановлено фенольні сполуки: хлорогенову, неохлорогенову, кавову кислоти, гіперозид, кверцетин, кверцитрин та ін. [2].

Метою роботи було якісне та кількісне визначення компонентів ліпофільної фракції.

Експериментальна частина

Об'єктом дослідження були квітки глоду Арнольда, зібрані у Харкові та Харківській області у травні 2005-2006 рр.

З квіток г. Арнольда отримували спиртову (70% етанол) витяжку. Для розділення біологічно активних речовин (БАР) проводили рідинне фракціонування отриманої витяжки — етанольну витяжку упарювали до водного залишку та фрак-

ціонували органічними розчинниками: хлороформом, хлороформом-етилацетатом (8:2), етилацетатом, етилацетатом-етанолом (9:1) та n-бутанолом.

Склад ліпофільних сполук визначали в одержаній хлороформній фракції, яку для подальшого аналізу сконцентрували до смолистого залишку та реекстрагували метанолом.

Дослідження ліпофільних сполук проводили на газовому хромато-мас-спектрографі фірми "Хьюлет-Паккард" (НР), США, що складається з хроматографа марки НР6890 GC та мас-селективного детектора 5973N.

Компоненти розділяли на кварцевій капілярній колонці фірми НР (НР 19091J-433 НР-5) довжиною 30 м з внутрішнім діаметром 0,25 мм, заповненій 5% фенілметилсилоксаном.

Застосовували програмування температури колонки: початкова температура складала 60°, кінцева — 240°. Тривалість розгонки (від початкової до кінцевої ізотермічної ділянки температурної програми) складає 1 год. Швидкість розгортки — 3 град/1хв. Об'єм проби складав 0,3 мкл при коефіцієнті розділу потоку 1:15 та тиску на вході в колонку 40 кПа; газ-носії — гелій. Сканування проводилось у діапазоні 38-300 а.е.м. Час запису — 0,5 с.

Результати та їх обговорення

Одержані спектри розглядали як на основі загальних закономірностей фрагментації молекул органічних сполук під дією електронного удару, так і шляхом пошуку у мас-спектральній бібліотеці баз даних "Flavor2.L." та "NIST98 L."

Перед проведенням пошуку для кожного хроматографічного піку обчислювався усереднений мас-спектр, від якого віднімали спектр фону. Ідентифікацію сполук проводили при порівнянні одержаних мас-спектрів хроматографічного піку з мас-спектрами еталонних сполук з найбільшою вірогідністю ідентифікованих програмою розпізнавання на масиві спектрів бази даних [9].

Хроматограму речовин ліпофільної фракції представлено на рис. 1.

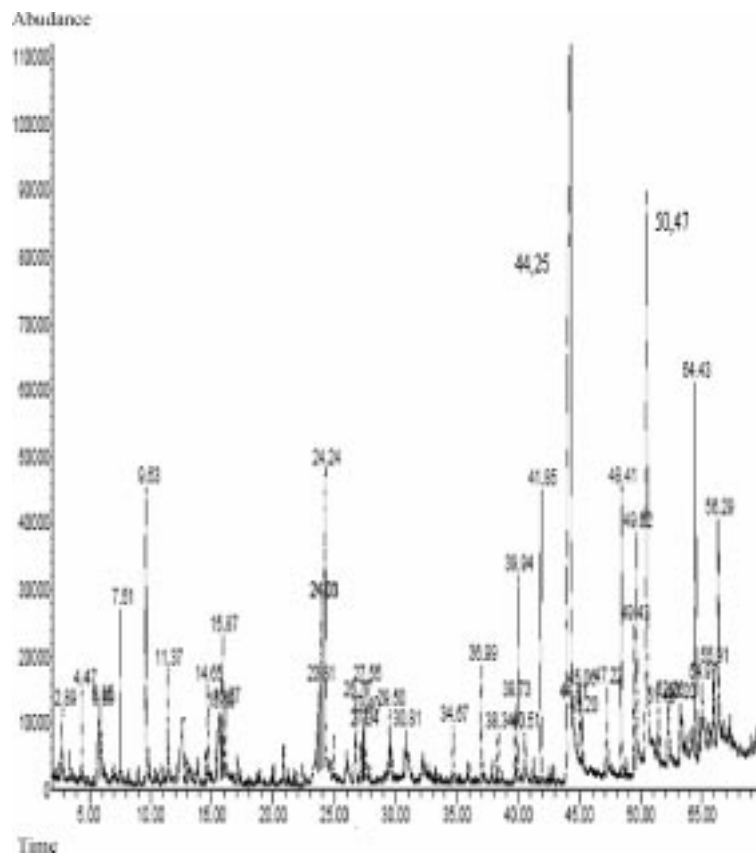


Рис. 1. Хроматограма речовин ліпофільної фракції.

Мас-спектри відповідних хроматографічних піків були ідентифіковані шляхом порівняння з мас-спектрами еталонних сполук та обробки даних.

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 2,89), порівнювали з мас-спектром найближчої еталон-

ної сполуки та ідентифікували за допомогою вбудованої програми обробки мас-спектрів як 2-бутанову кислоту (рис. 2 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 29,50), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як додеканову кислоту (рис. 3 а, б).

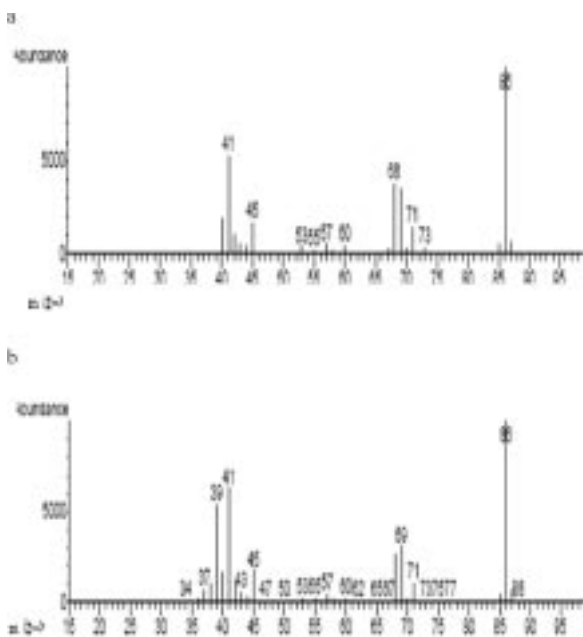


Рис. 2. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — 2-бутанової кислоти (б).

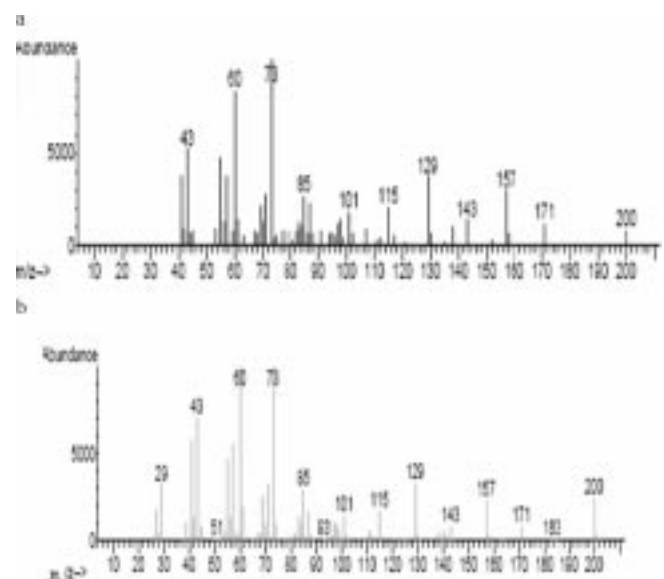


Рис. 3. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — додеканової кислоти (б).

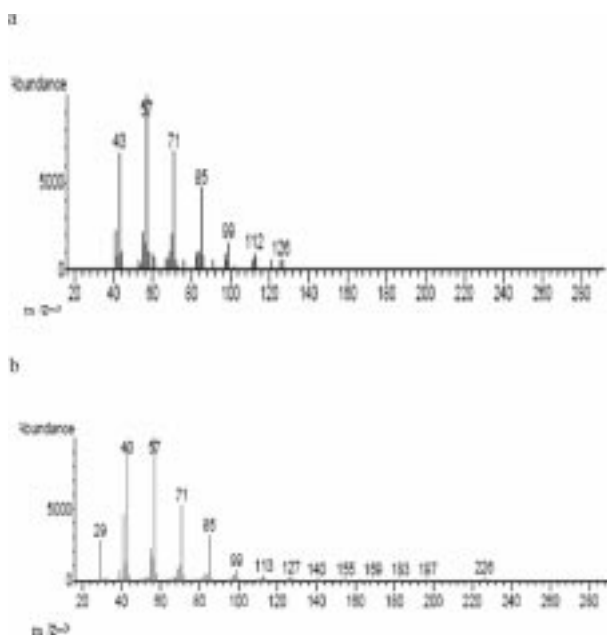


Рис. 4. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — гексадекану (b).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 30,81), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як гексадекан (рис. 4 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 34,67), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як пентадекан (рис. 5 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 36,99), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як міристинову кислоту (рис. 6 а, б).

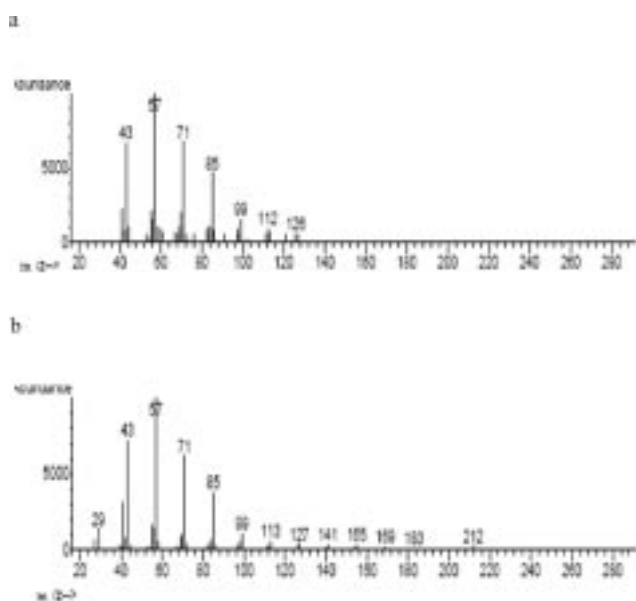


Рис. 5. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — пентадекану (b).

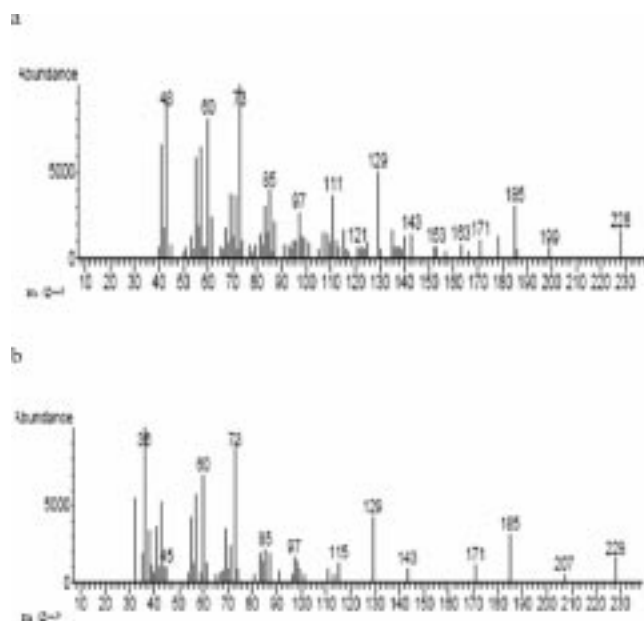


Рис. 6. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — міристинової кислоти (b).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 45,05), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як етиловий ефір міристинової кислоти (рис. 7 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 49,43), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як 9,12-октадеканову кислоту (рис. 8 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 50,47), та мас-спектр найближчої еталонної спо-

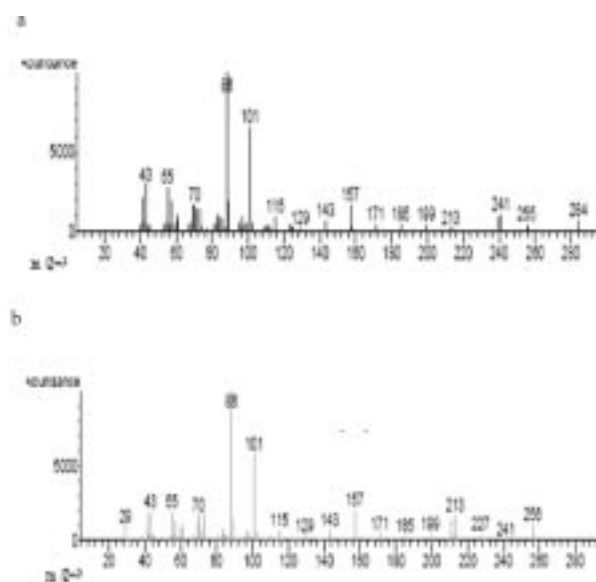


Рис. 7. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — етилового ефіру міристинової кислоти (b).

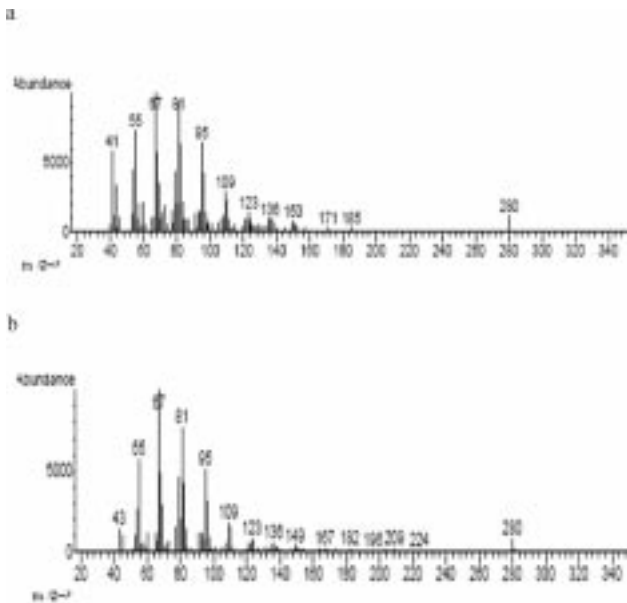


Рис. 8. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — 9,12-октадеканової кислоти (б).

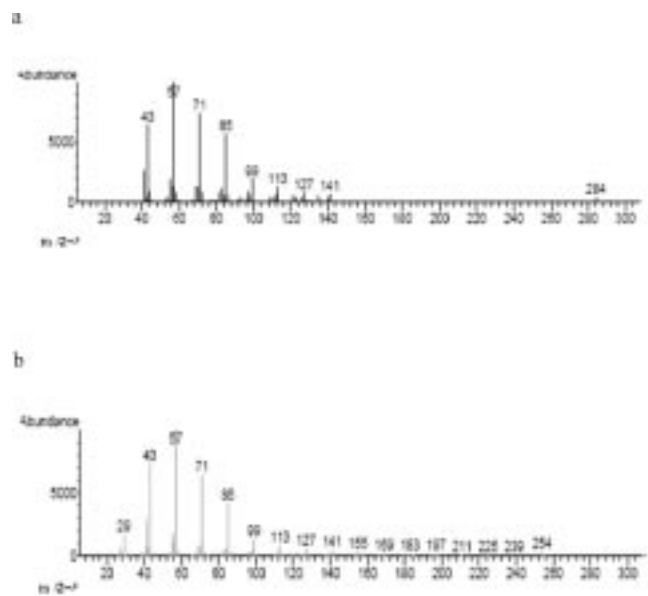


Рис. 10. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — октадекану (б).

Таблиця

Ліпофільні сполуки, ідентифіковані в квітках г. Арнольда

№ піку	Назва сполуки	Індекс утримування	Вміст (%)
1	2-Бутанова кислота (масляна)	2,89	0,68
20	Додеканова кислота (лауринова)	29,50	0,52
21	Гексадекан	30,81	0,26
22	Пентадекан	34,67	0,51
23	Тетрадеканова кислота (міристинова)	36,99	1,32
29	Гексадеканова кислота (пальмітинова)	44,25	35,50
31	Етиловий ефір міристинової кислоти	45,05	0,58
35	9,12-октадеканова кислота	49,43	1,70
37	Октадеканова кислота (стеаринова)	50,47	10,37
38	Октадекан	51,48	0,47

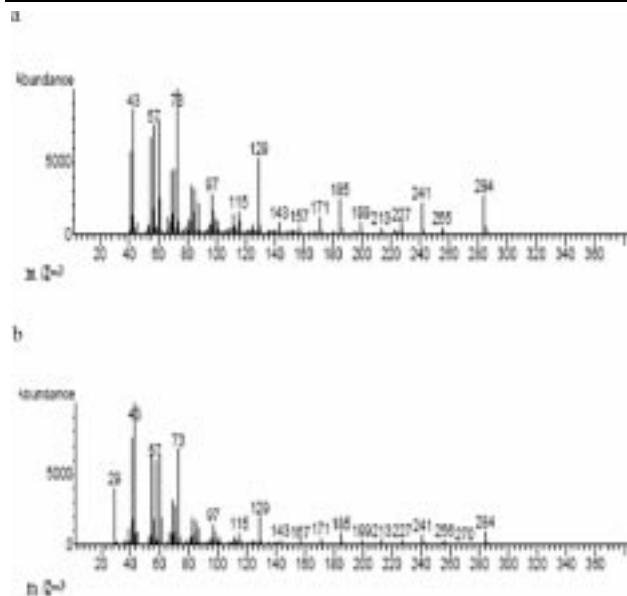


Рис. 9. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — стеаринової кислоти (б).

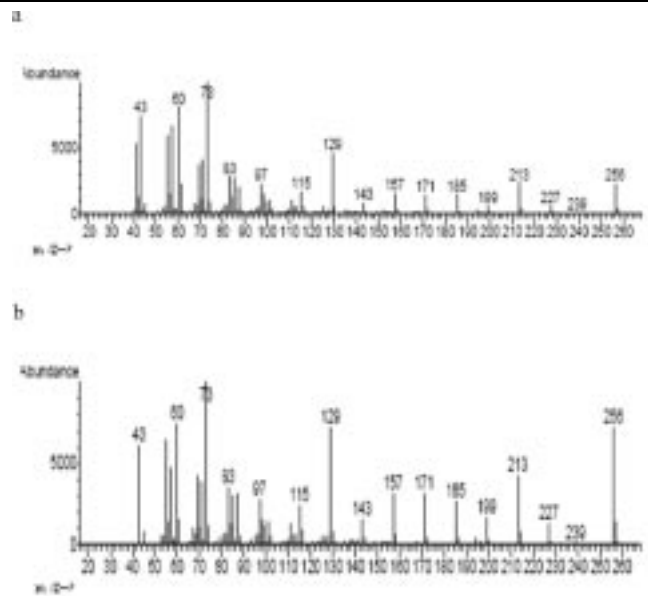


Рис. 11. Мас-спектр досліджуваної сполуки (а) у порівнянні з мас-спектром речовин банку бази даних — гексадеканової кислоти (б).

луки ідентифіковано як стеаринову кислоту (рис. 9 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 51,48, та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як октадекан (рис. 10 а, б).

Сполуку з мас-спектром, який відповідає хроматографічному піку (з індексом утримування 44,25), та мас-спектр найближчої еталонної сполуки ідентифіковано як гексадеканову кислоту (рис. 11 а, б).

Ліпофільні сполуки, ідентифіковані в квітках г. Арнольда, наведені у таблиці.

Як видно з таблиці, у сировині ідентифіковано 10 ліпофільних сполук — жирні кислоти та їх ефір: масляна, лауринова, міристинова, 9,12-октадеканова, пальмітинова, стеаринова кислоти, етило-

вий ефір міристинової кислоти; вуглеводні: гексадекан, пентадекан, октадекан. Усі ідентифіковані жирні кислоти є насиченими. Найбільший кількісний вміст (%) визначено для пальмітинової (35,50) та стеаринової (10,37) кислот, а також пентадекану (0,51).

ВИСНОВКИ

1. Хромато-мас-спектрометричним методом проведено дослідження якісного складу та кількісного вмісту компонентів хлороформної фракції квіток г. Арнольда.

2. Визначено наявність 10 сполук, серед яких насичених жирних кислот та їх ефірів — 7, вуглеводнів — 3.

3. Найбільший вміст у сировині визначено для пальмітинової та лауринової кислот, а також пентадекану.

ЛІТЕРАТУРА

1. Зайкин В.Г., Микая А.И. *Химические методы в масс-спектрологии органических соединений*. — М.: Наука, 1987. — 200 с.
2. Ковальова А.М., Сидора С.В., Ковальов С.В. та ін. // *Вісник фармації*. — 2005. — №2 (42). — С. 16-20.
3. Barnes J.C., Anderson L.A., Phillipson J. D. *Herbal Medicines*. — London — Chicago: Pharmaceutical Press, 2002. — P. 284-287.
4. Boardman N.K., Anclersen J.M. // *Biochem. et Biophys. Acta*, 1967. — P. 143-187.
5. Foster S.N., Duke J.A. *A Field Guide to Medicinal Plants*. — Eastern and Central N. America. Houghton Mifflin Co, 1990. — P. 150.
6. Genders R.F. *Scented Flora of the World*. — Robert Hale. — London, 1994. — P. 75.
7. Kowalchik C.D., Hylton W.L. *Rodale's Illustrated Encyclopedia of Herbs*. — Emmaus, Pa: Rodale Press, 1998. — P. 120.
8. Stuhlemmer U. // *Z. Phytothear*. — 2003. — Vol. 24, №3. — P. 125-217.
9. *The Sadtler Standard Ges Chromatography retention index library*. — Philadelphia, Pennsylvania, 1986. — Vol. 4. — 951 p.
10. Wichtl M.C. *Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals*. — Boca Raton, Fla: CRC Press, 1994. — P. 19.

УДК 543.51:577.115.3:581.46:582.734.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЛИПОФИЛЬНОЙ ФРАКЦИИ ЦВЕТКОВ *CRAEAGUS ARNOLDIANA* SARG.

А.М.Ковалева, Н.В.Сидора, А.Н.Александров, А.Л.Вилькер
Хромато-масс-спектрометрическим методом проведено определение качественного состава и количественного содержания липофильных веществ хлороформной фракции цветков *C. arnoldiana* Sarg. Было идентифицировано 10 липофильных веществ: 6 насыщенных жирных кислот и 1 эфир: 2-бутановая, додекановая, тетрадекановая, 9,12-октадекановая, гексадекановая, октадекановая кислоты, этиловый эфир миристиновой кислоты; 3 углеводорода: гексадекан, пентадекан, октадекан. Наибольшее количественное содержание (%) определено для гексадекановой (35,50), октадекановой (10,37) кислот и пентадекана (0,51).

UDC 543.51:577.115.3:581.46:582.734.3

THE CHROMATO-MASS-SPECTROMETRIC INVESTIGATION OF THE LIPOPHILIC FRACTION FROM *CRAEAGUS ARNOLDIANA* SARG. FLOWERS

A.M.Kovalyova, N.V.Sidora, A.N.Alexandrov, A.L.Vilker
The quantitative and qualitative determination of lipophilic substances in the chloroform fraction of *C. arnoldiana* Sarg. flowers has been carried out by the chromat-mass-spectrometric method. Ten lipophilic substances have been identified: 6 saturated fatty acids and 1 ester; 2-butenoic, dodecanoic, myristic, 9,12-octadecanoic, octadecanoic, stearic, hexadecanoic acids, ethyl myristate; 3 hydrocarbons: hexadecane, pentadecane, octadecane. The highest quantitative content (%) has been determined for hexadecanoic (35,50), octadecanoic (10,37) acids and pentadecane (0,51).