

Для выбора материала упаковки гранул исследовали влагопоглощающую способность сухого экстракта липы и гранулята, полученного при оптимальном режиме гранулирования в различной упаковке. Установлено, что гранулы с сухим экстрактом липы целесообразно хранить в пластмассовой упаковке или в ламинированной бумажной упаковке.

Выводы. Таким образом, в ходе проведенных исследований по разработке технологии БАД «Гранулы с экстрактом липы» были изучены физико-химические и технологические свойства сухого экстракта липы, подобран оптимальный состав вспомогательных веществ, выбран оптимальный метод и режимы гранулирования в аппарате псевдоожиженного слоя, а также предложены материалы для их упаковки, полученных гранул.

## **РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ЭФИРНОГО МАСЛА ХМЕЛЯ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС СПЕКТРОМЕТРИИ**

*В.А. ХАНИН, Е.В. БУХАРИНА*

Национальный фармацевтический университет, г. Харьков, Украина

Кафедра химии природных соединений, [snvc@mail.ru](mailto:snvc@mail.ru)

В настоящее время хмель произрастает во многих разновидностях, отличающихся химическим составом эфирного масла. Основной дикий вид – *H. lupulus var. pubescens*. Все культурные виды делятся на три группы: северо-американские, японские и европейские. Указанные группы связаны с соответствующими дикими видами, специфическими для местности произрастания и связаны с основным диким видом. Основным видом является европейский вид – *Humulus lupulus L.*

В качестве лекарственного сырья употребляются шишки хмеля. Это сырье описано в ряде фармакопей стран Европы и Америки.

Шишки хмеля в течение многих столетий использовались как успокаивающие при нервных расстройствах. Они содержат смолы и эфирные масла. Компонентами горькой смолы являются  $\alpha$ - и  $\beta$ -хмелевые кислоты – производные флороглюцина: гумулон, когумулон, лупулон, аллупулон, колупулон. Хмелевые кислоты не выдерживают очень долгого хранения и быстро распадаются.

Перегонкой с водяным паром было получено эфирное масло из свежих подсушенных шишек *Humulus lupulus*. Выход составил около 3%.

Поскольку эфирное масло представляет собой сложную природную матрицу, содержащую вещества различного химического строения и сильно отличающиеся по своим физико-химическим свойствам, было принято решение использовать для идентификации и количественного определения тандемную хромато-масс-спектрометрию (GC-MS-MS) в варианте твердофазной экстракции (SPME). Это позволило дополнительно разделить анализируемые вещества в зависимости от их полярности и липофильно-гидрофильных свойств.

Хромато-масс-спектрометрию осуществляли на приборе Saturn 2000 американской фирмы Varian Corp., оснащенном масс-детектором типа ионная ловушка. Для разделения проб использовали капиллярную колонку длиной 30 м с фазой 5% дифенил- 95% диметилсилоксан с внутренним диаметром 0,25 мм, американской фирмы Chrompack (CP-SIL8). Идентификацию компонентов проводили, используя сравнение полных масс-спектров с соответствующими данными библиотеки масс-спектрометрических данных NIST (150000 масс-спектров), а также по линейным индексам удерживания. При совпадении масс-спектров (соотношения  $m/z$  основных ионов) - совпадение не менее 95% - и линейных индексов удерживания (рассчитывали по программе AMDIS для каждого компонента) считали идентификацию правильной.

Для количественного определения компонентов эфирного масла на хроматограмме полного ионного тока, полученного для испытуемого образца, использовали метод нормировки. Содержание компонентов определяли в процентах.

Для анализируемого образца эфирного масла были определены относительная плотность (составила 0,817), оптическое вращение (-0,188) и показатель преломления (1,473).

Методом тандемной хромато-масс-спектрометрии обнаружено, что в состав исследуемого эфирного масла хмеля входит более 20 компонентов, 3 из которых основные, так как их содержание превышает концентрацию 0,2% от цельного масла. Все указанные компоненты идентифицированы и определена концентрация каждого.

В наибольших количествах в эфирном масле присутствуют три вида веществ: мирцен – от 92%, кариофиллен – 0,6 %, терпинеолы – 3,2% ( $\alpha$ ,  $\beta$  пинены).

Их концентрация составляет более 95%. Семнадцать компонентов присутствуют в концентрациях менее 0,1%. Основными представителями указанных веществ являются:

- $\beta$ -кислоты (лупулон): менее 0,1 %;
- $\alpha$ -кислоты (гумулон): менее 0,1 %;
- изо- $\alpha$ -кислоты: менее 0,1 %.

Особенность эфирного масла хмеля заключается в том, что в нем присутствует большое количество эфиров валериановой, изовалериановой и малеиновой кислот.

Разработана хроматографическая методика с использованием тандемной хромато-масс-спектрометрии (GC-MS-MS), позволяющая, в независимости от способа получения и происхождения эфирного масла хмеля, идентифицировать компоненты масла и, используя метод внутренней нормировки, определять их содержание в процентах. Метод может быть использован при анализе диетических добавок, содержащих шишки хмеля.