Протокол-Заключение

Результаты анализов образцов аккумулированных драже APL

Заказчиком были предоставлены следующие образцы:

SLD	–драже с запахом лимонной кислоты желтоватого цвета
NRM	–драже с запахом лимонной кислоты желтоватого цвета
RLX	–драже с запахом лимонной кислоты желтоватого цвета
GTS	–драже с запахом лимонной кислоты желтоватого цвета
ALT	–драже с запахом лимонной кислоты фиолетового цвета
GRW	–драже с запахом лимонной кислоты сиреневого цвета
MLS	–драже с запахом лимонной кислоты слабо оранжевого цвета
PWR man	–драже с запахом лимонной кислоты слабо желтого цвета
PWR woman	–драже с запахом лимонной кислоты светло оранжевого цвета
FIT day	–драже с запахом лимонной кислоты слабо розового цвета
FIT night	–драже с запахом лимонной кислоты желтоватого цвета

По одному драже были перемолоты в фарфоровой ступке до мелкодисперсного состояния и растворены в воде с получением образцов с концентрацией 100 мг/мл. Данные образцы анализировались методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (рис. 1-11).

Содержание минорных продуктов анализировали методом ВЭЖХ. Для этого к 100 мг перемолотых образцов добавляли по 1 мл ацетонитрила, перемешивали полученную гетерогенную систему в течении 30 минут на магнитной мешалке при комнатной температуре, центрифугировали и анализировали надосадочную жидкость. Хроматографический анализ проводили на системе Waters Breeze со спектрофотометрическим детектором при длинах волн 275 и 360 нм. Определение проводили при градиентном элюировании (табл. 1) на колонке Luna C18 250x4.6 мм, 5 мкм. Скорость потока подвижной фазы 0,9 мл/мин.

Качественный и количественный анализ флавоноидного состава образцов драже проводился с использованием стандартных образцов индивидуальных флавоноидов. Содержание некоторых флавоноидов приведено в табл. 2. Ошибка определения составляла не более 10%.

Таблица 1.

Параметры градиента

Время, мин	Содержание в элюенте, об.%	
	CH_3CN	H_2O
0 мин	5	95
5 мин	5	95
10 мин	30	70
30 мин	60	40
40 мин	100	0
45 мин	100	0
55 мин	5	95
60 мин	5	95

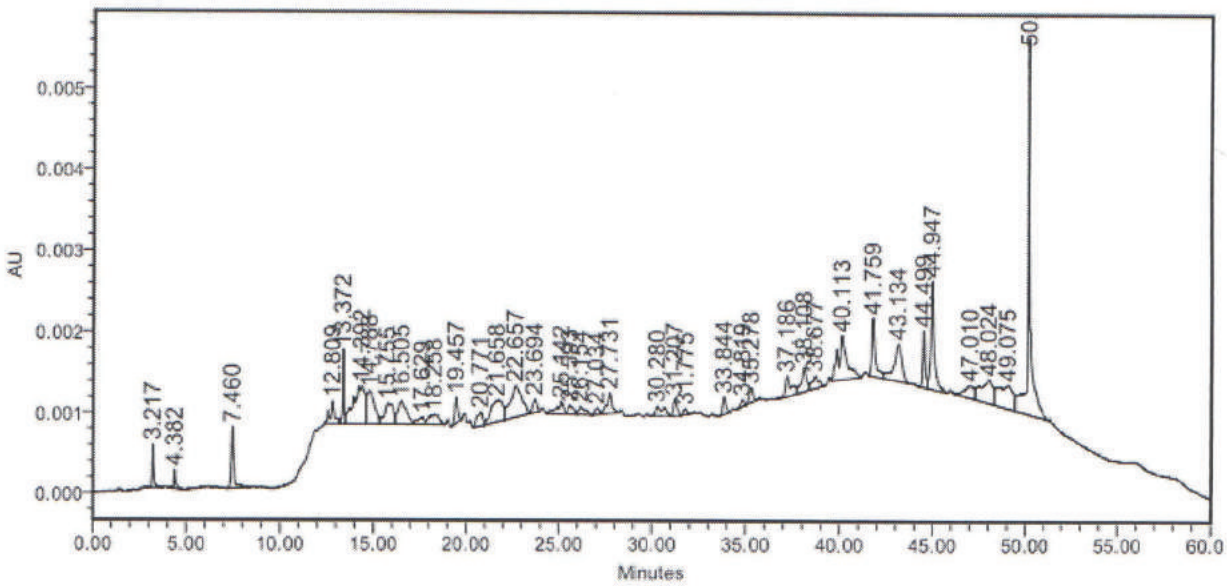

Рис.1. Хроматограмма образца SLD (пик со временем выхода 14,2 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7– кверцетин; 23,6 – нарингенин).

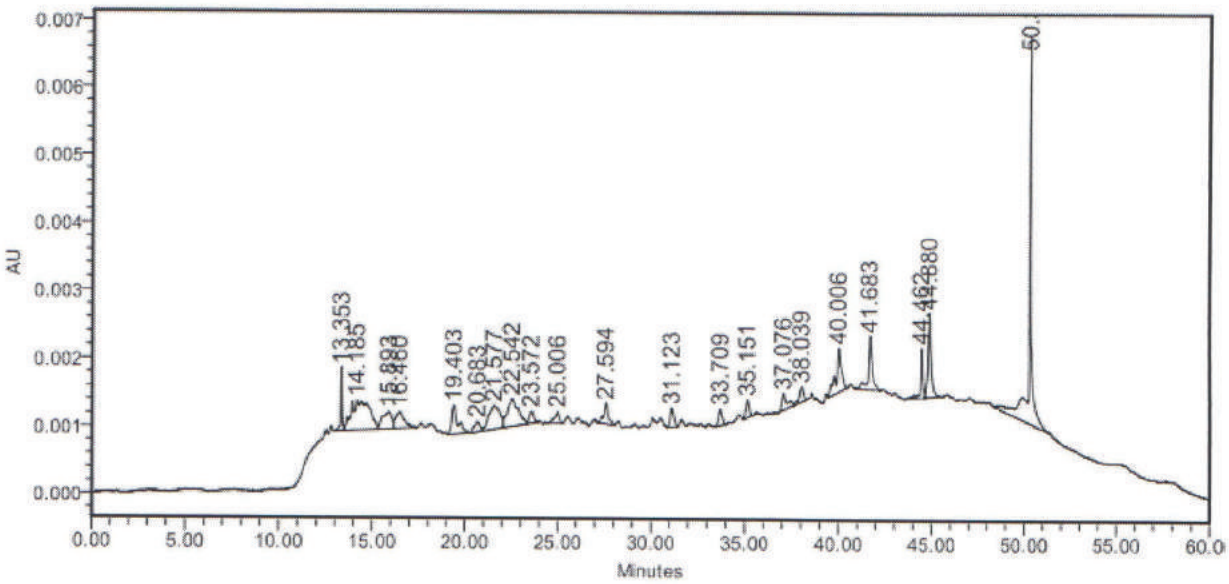

Рис.2. Хроматограмма образца GRW (Пик со временем выхода 14,2 мин - рутин; 15,9 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

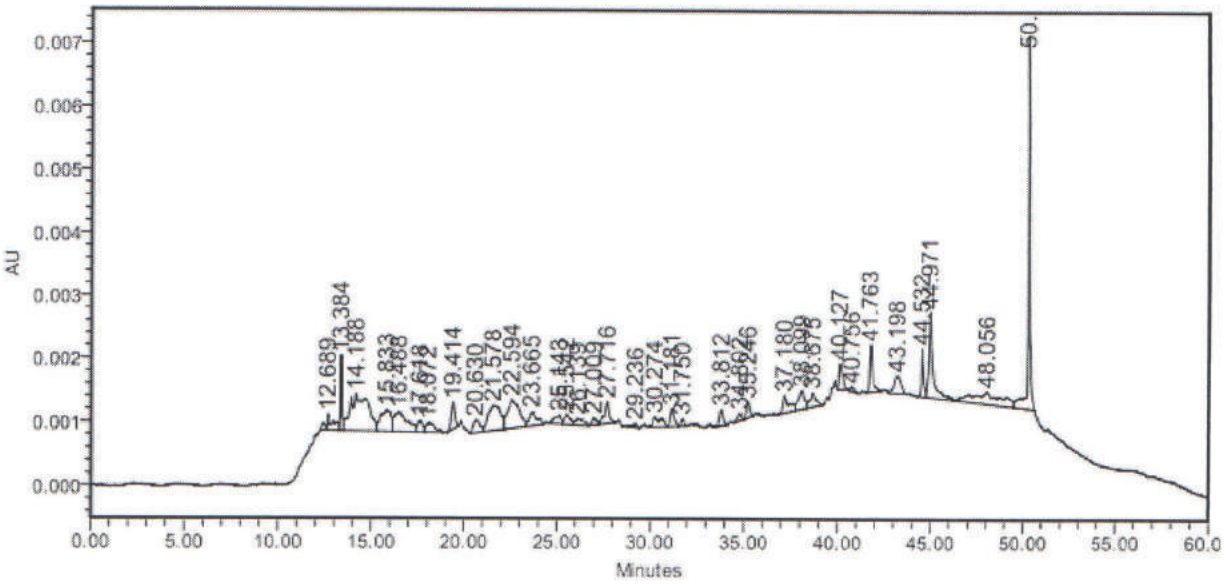

Рис.3. Хроматограмма образца MLS (Пик со временем выхода 14,2 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,6 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

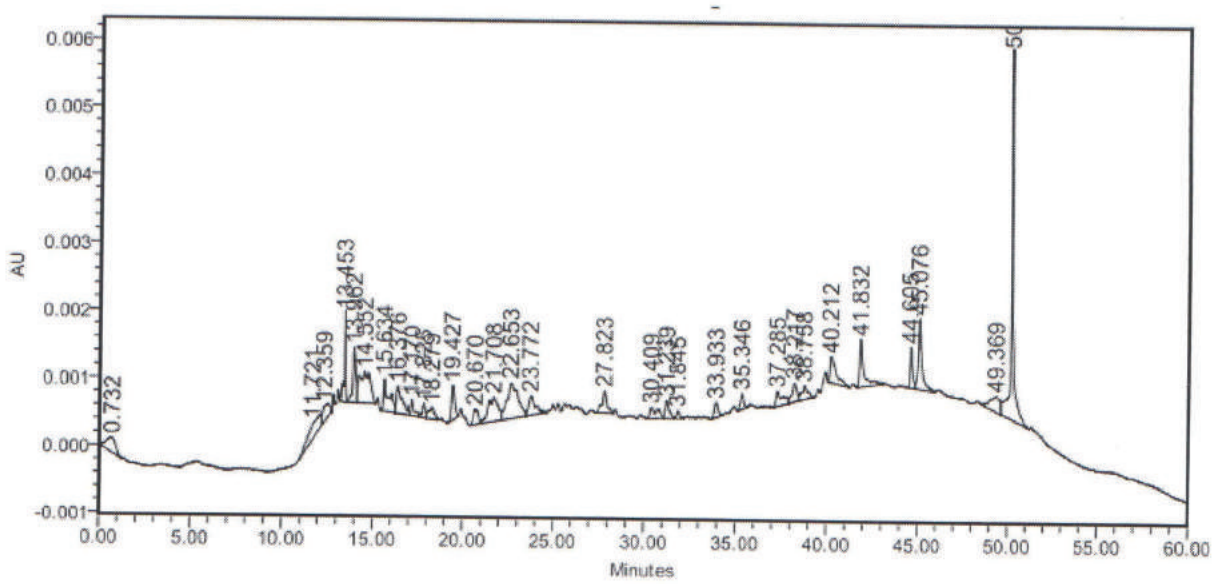

Рис.4. Хроматограмма образца ALT (Пик со временем выхода 14,3 мин - рутин; 15,6 – нарингин; 16,4 – дигидрокверцетин; 20,6 – кверцетин; 23,7 – нарингенин).

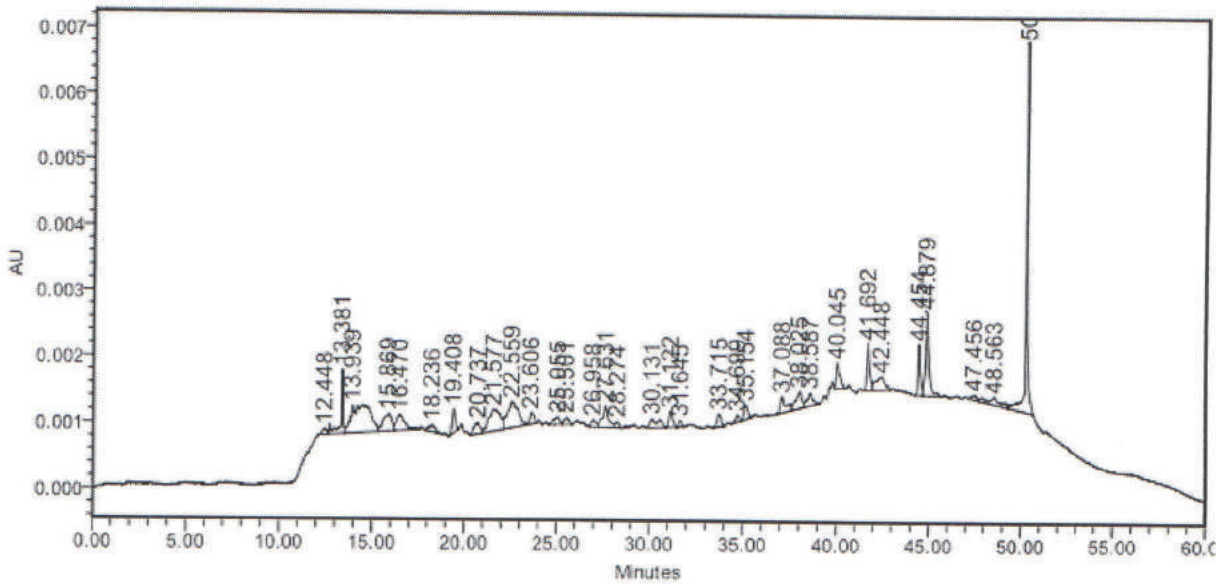

Рис.5. Хроматограмма образца RLX (Пик со временем выхода 14,0 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

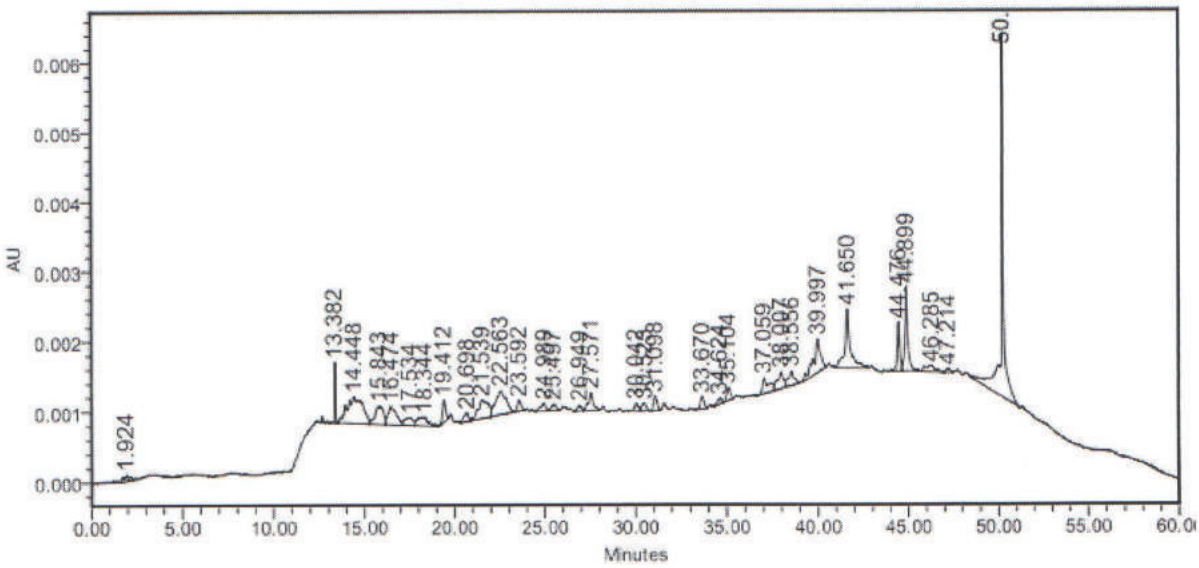

Рис.6. Хроматограмма образца NRM (Пик со временем выхода 14,4 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

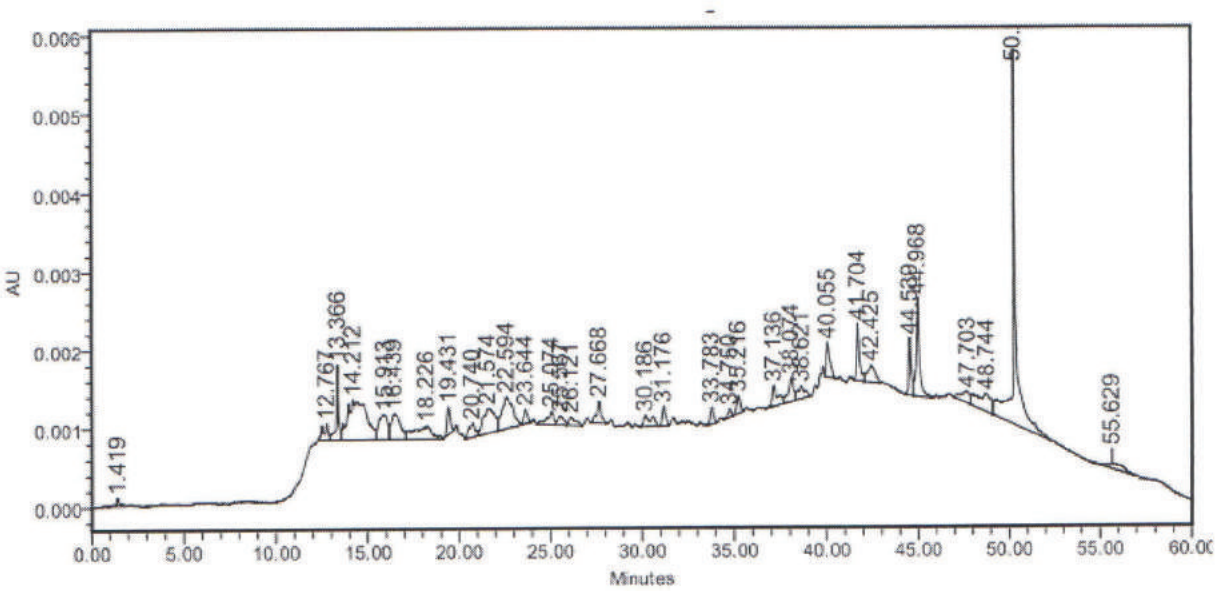

Рис.7. Хроматограмма образца STP (Пик со временем выхода 14,2 мин - рутин; 15,9 – нарингин; 16,4 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

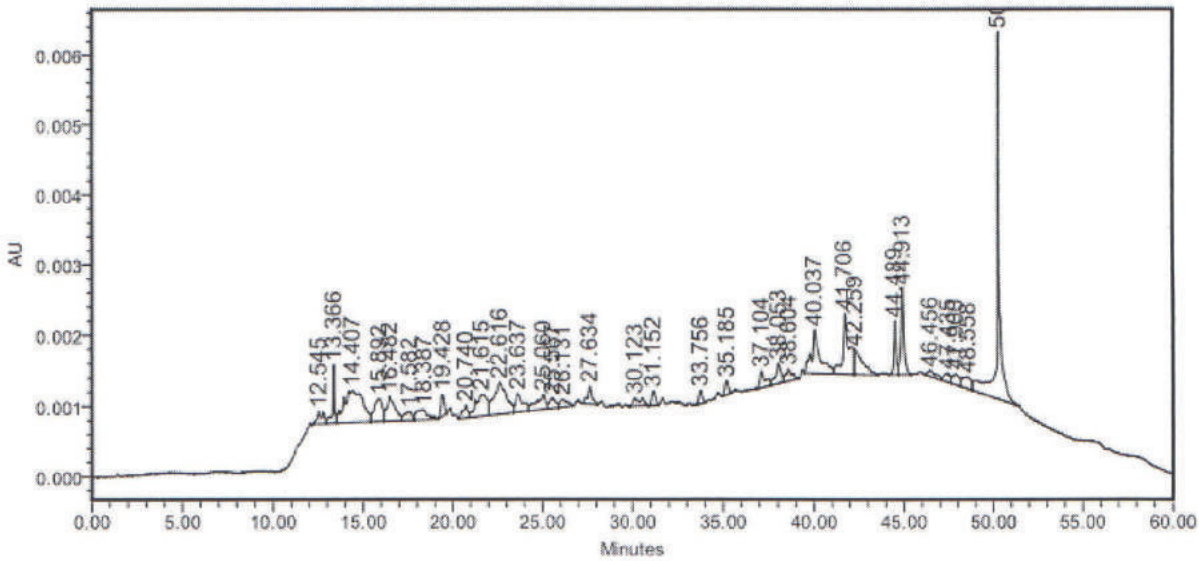

Рис.8. Хроматограмма образца PWR woman (Пик со временем выхода 14,4 мин - рутин; 15,9 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

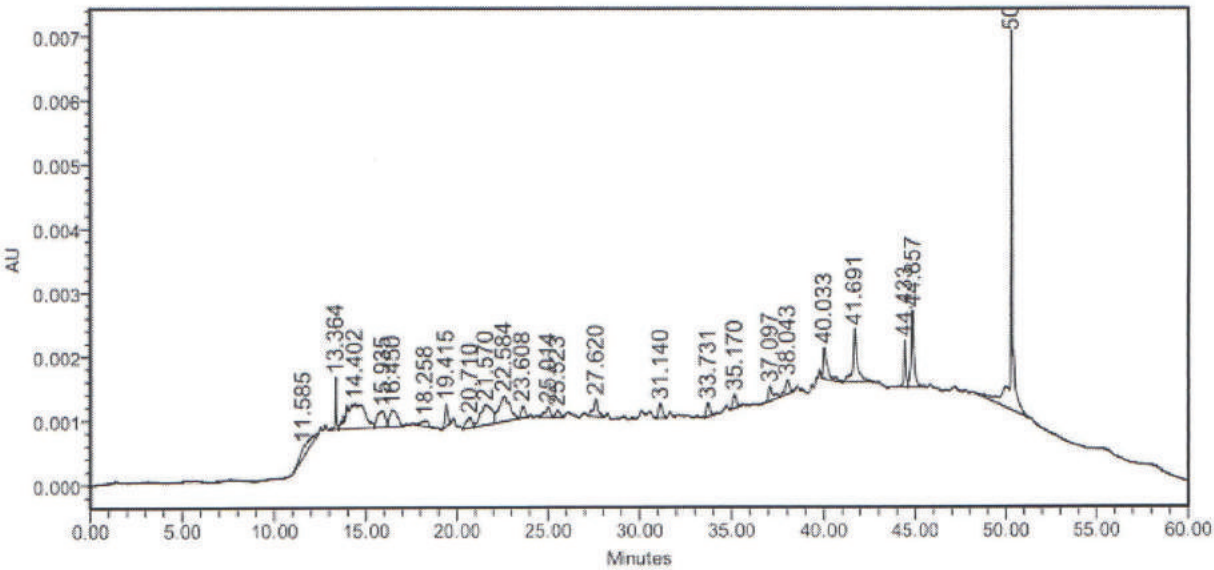

Рис.9. Хроматограмма образца PWR man (Пик со временем выхода 14,4 мин - рутин; 15,9 – нарингин; 16,4 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

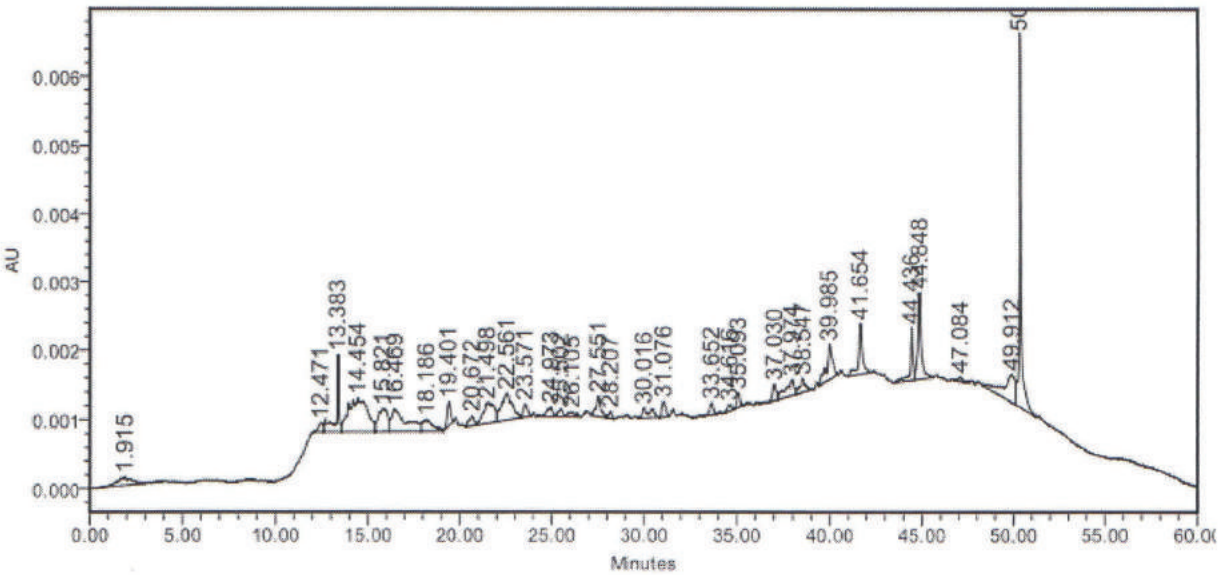

Рис.10. Хроматограмма образца FIT day (Пик со временем выхода 14,4 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,6 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

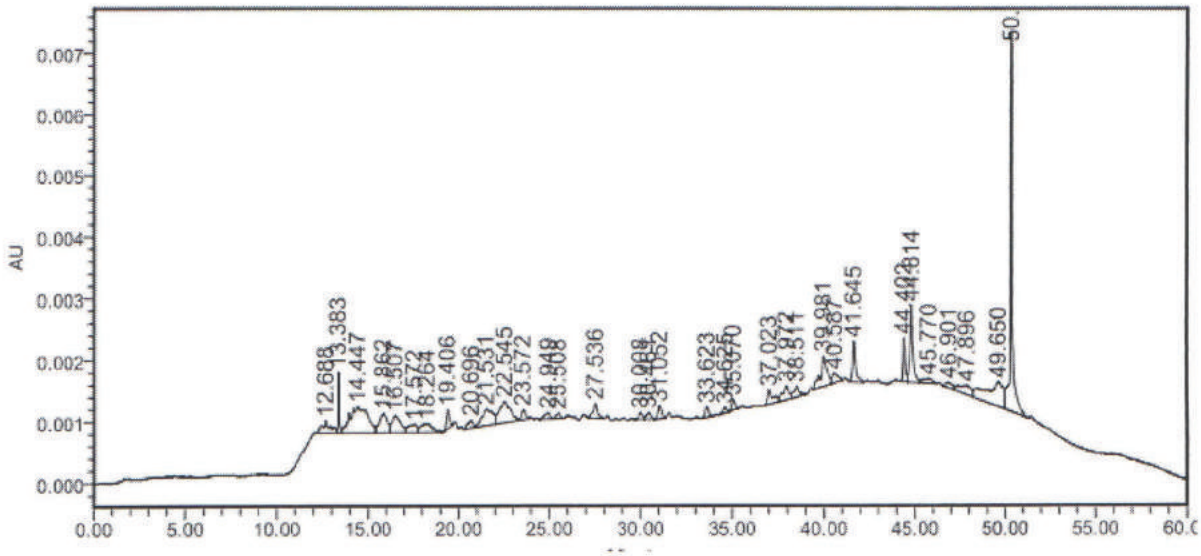

Рис.11. Хроматограмма образца FIT night (Пик со временем выхода 14,4 мин - рутин; 15,8 – нарингин; 16,5 – дигидрокверцетин; 20,7 – кверцетин; 23,6 – нарингенин).

Таблица 2.

Содержания некоторых флавоноидов в образцах драже

Образец	Содержание в-ва, мг/г драже				
	Рутин	Кверцетин	Дигидрокверцетин	Нарингин	Нарингенин
SLD	0.013	0.0027	0.0055	0.0051	0.0012
GRW	0.032	0.0025	0.0050	0.0054	0.0013
MLS	0.042	0.0037	0.0092	0.0078	0.0027
ALT	0.021	0.0032	0.0054	0.0054	0.0033
RLX	0.032	0.0027	0.0045	0.0048	0.0012
NRM	0.025	0.0016	0.0050	0.0050	0.0009
STP	0.041	0.0032	0.0072	0.0065	0.0013
PWR woman	0.036	0.0026	0.0068	0.0059	0.0033
PWR man	0.030	0.0026	0.0045	0.0047	0.0013
FIT day	0.037	0.0021	0.0109	0.0066	0.0013
FIT night	0.031	0.0019	0.0053	0.0058	0.0011

Таким образом, методом высоко-эффективной жидкостной хроматографии определено качественное и количественное определение рутина, кверцетина, дигидрокверцетина, нарингина и нарингенина в образцах аккумулированных драже APL.

Зав. лабораторией ФХМА,
к.х.н. Л.В. Спирихин

Подпись Леонида Васильевича Спирихина заверяю.
Ученый секретарь ИОХ УНЦ РАН, д.х.н. Ф.А. Валеев