

УДК 615.32

## РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ЭКСТРАКТА МАКЛЕИ СЕРДЦЕВИДНОЙ (MACLEAYA CORDATA) ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

© Сулейманова Л.Р., Титова К.Е., Павлова Л.В.

*Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева, г. Самара, Российская Федерация*

e-mail: liyasul2002@mail.ru

Целью настоящей работы являлось разработать методику анализа экстракта маклеи сердцевидной.

Объектом исследования являлся экстракт маклеи сердцевидной. В качестве основы для новой методики использовали статью [1]. В качестве подвижной фазы (ПФ) использовался раствор додецилсульфата натрия (ДСН) и ацетонитрил [1], а также 0,01 М фосфатный буфер и метанол. Работу проводили на ВЭЖХ-системе AZURA Клауер, колонка Phenomenex 250 x 4,6 мм, C18 5 мкм. Детектирование осуществляли спектрофотометрическим детектором при  $\lambda = 270$  нм, а так же диодно-матричным детектором в диапазоне длин волн с 200 до 700 нм.

В условиях анализа, представленных в статье [1], не удалось достигнуть элюирования компонентов. При использовании в качестве подвижной фазы растворов поверхностно-активных веществ, в данном случае ДСН, обращенно-фазовая высоко-эффективная жидкостная хроматография переходит в мицеллярную хроматографию. Размытие и увеличение времени удерживания в мицеллярной хроматографии происходят как за счет низких скоростей выхода сорбата из мицеллы, так и за счет его медленной десорбции с неподвижной фазы.

Оптимизацию условий элюирования проводили путем варьирования концентрации ДСН, величины рН, применения изократического варианта элюирования и градиентного. Элюирование компонентов на хроматограмме получили только при 60 % об. 0,0005 М ДСН рН = 2,8 и 40 % об. ацетонитрила; изократический режим элюирования.

Анализ с использованием диодно-матричного детектора на аналогичном приборе в аналогичных условиях показал наложение пиков 3 веществ в области пика, соответствующего сангвинарину.

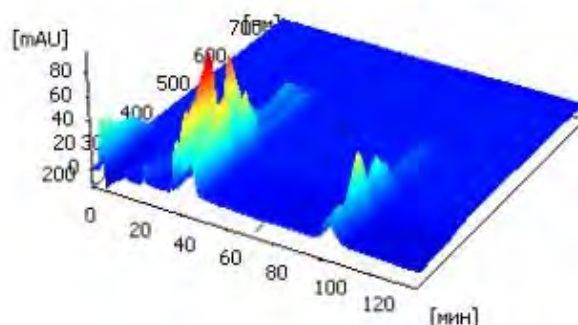


Рисунок 1 – ВЭЖХ-анализ на диодной матрице

При варьировании содержания ацетонитрила в подвижной фазе при градиентном элюировании существенных изменений в разрешении пиков не было, при

этом было установлено, что появление пиков на хроматограмме всегда соответствует 40 % содержанию ацетонитрила в подвижной фазе.

Для разделения компонентов оценили применение ПФ на основе 0,01М фосфатного буфера, ацетонитрила, а также рассмотрели вариант ПФ с метанолом. Классический состав подвижной фазы в виде 0,01 М фосфатного буфера и ацетонитрила позволил получить на хроматограмме только 2 пика. Четыре пика на хроматограмме удалось получить при использовании в качестве подвижной фазы смеси ацетонитрила, метанола и фосфатного буферного раствора. С точки зрения теории сангвинарин и хелеритрин диссоциируют по щелочному типу, поэтому в кислой ПФ могут присутствовать как молекулярные, так и ионные формы, которые могут выходить разными пиками, поэтому был проведен анализ в ПФ с рН = 7. Однако анализ не дал корректных результатов, и время анализа увеличилось до 3 ч.

Учитывая все полученные данные, было решено скомбинировать в водной части подвижной фазы додецилсульфат натрия и фосфатный буфер для реализации всех способов взаимодействия сорбат-сорбент в одном анализе. Оптимальные результаты были получены при разделении в изократическом режиме элюирования с ПФ 60 % об. 0,0005 М ДСН 0,01 М фосфатный буфер рН = 2,8 и 40 % об. ацетонитрила (рис. 1). Пик с временем удерживания  $t_R = 22,8$  мин соответствует сангвинарину, пик с  $t_R = 37,9$  мин – хелеритрину.

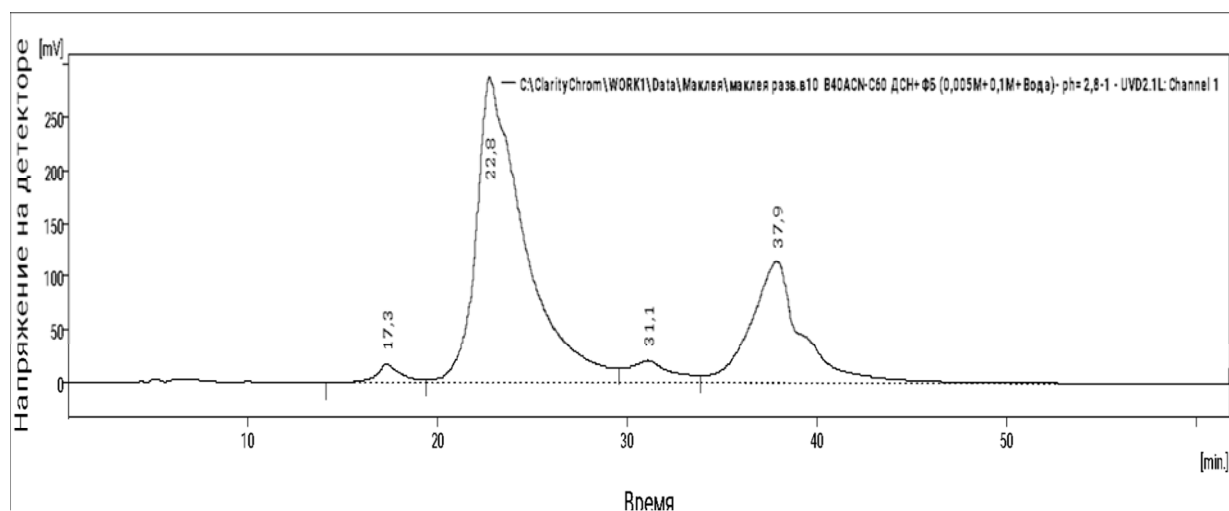


Рисунок 2 – ВЭЖХ-анализ экстракта маклеи сердцевидной в оптимальных условиях

**Выводы:** оптимальные условия ВЭЖХ-анализа экстракта маклеи сердцевидной для определения содержания сангвинарина и хелеритрина: колонка 250 x 4,6 мм, С18 5 мкм, детектирование при  $\lambda = 270$  нм; подвижная фаза: 60 % раствор 0,01 М фосфатного буфера и 0,0005 М додецилсульфата натрия рН = 2,8–40 % ацетонитрил; изократический режим элюирования.

### Библиографический список

1. Моисеев Д.В. Определение алкалоидов в траве чистотела большого и листьях маклеи сердцевидной методом ВЭЖХ // Бутлеровские сообщения. 2013 Т. 36, № 11. С. 134–138.