

*N. V. Borodina, V. M. Kovaliov, A. M. Rudnyk, N. V. Derkach,
Anash Fattal*

Gas chromatography/mass spectrometry research of raw material for manufacture of phenosin

National University of Pharmacy, Department of Pharmacognosy, Kharkiv

Introduction. Phenosin is a new original drug on the basis of aspen bark extract (*Populus tremula* L., family Willow Salicaceae L.).

Aim. To determine the component composition of volatile compounds and organic acids in raw material for manufacture of phenosin.

Materials and methods. By the method GC/MS using the chromatograph of Agilent Technologies 6890N aspen barks samples harvested in 2012-2013 in Kharkiv and extract obtained from the bark was analyzed.

Results. The component composition of volatile compounds and organic acids in the aspen bark and aspen bark extract was investigated by GC/MS. In the aspen bark 50 volatile compounds (major of them were salicylic aldehyde (294.2 mg/kg)) and 34 organic acids (oxalic (2601.8 mg/kg), anisic (2330.3 mg/kg), citric (1997.7 mg/kg), benzoic (1934.9 mg/kg), salicylic (542.9 mg/kg) acids) were identified. In the aspen bark extract 28 compounds were identified, major of them were levulinic (9477.1 mg/kg), citric (5565.3 mg/kg), anisic (5429.1 mg/kg), benzoic (4203.8 mg/kg), salicylic (2760.6 mg/kg), isoferulic (2650.2 mg/kg) acids.

Conclusions. There were established some regularities of compound transition from aspen bark to extract. The GC/MS research of chemical composition of raw material for manufacture of phenosin gives additional possibilities to improve the quality control methods of phenosin.

Key words: *Populus tremula* L., phenosin, GC/MS.

Відомості про авторів:

Бородина Наталія Валеріївна - к. фарм. н., доцент кафедри фармакогнозії НФаУ. Адреса: 61129, м. Харків, вул. Блюхера 4, тел.: (0572) 67-92-08.

Ковальов Володимир Миколайович - д. фарм. н., професор кафедри фармакогнозії НФаУ.

Рудник Анна Михайлівна - к. фарм. н., асистент кафедри фармакогнозії НФаУ. Адреса: 61129, м. Харків, вул. Блюхера 4, тел.: (0572) 67-92-08.

Деркач Наталія Володимирівна - к. фарм. н., доцент кафедри фізіології і анатомії людини НФаУ.

Анаш Фаттал - аспірант кафедри фізіології і анатомії людини НФаУ.

УДК 615.31;615.32

© КОЛЕКТИВ АВТОРІВ, 2014

¹ Н.Є.Бурда, ² Б.М.Кливяк, ¹ І.О.Журавель,
² Я.В.Рожковський

ВИЗНАЧЕННЯ СТЕРОЇДНИХ СПОЛУК В СИРОВИНІ ЯКІРЦІВ СЛАНКИХ

¹Національний фармацевтичний університет, м. Харків,

²Одеський національний медичний університет, м. Одеса

Вступ. Якірці сланкі застосовуються для корекції еректильної дисфункції у чоловіків. Даний ефект проявляють стероїди.

Мета. З метою детального вивчення якірців сланких досліджені стероїдні сполуки в траві та плодах даної рослини.

Матеріали та методи. Методом газової хроматографії було проведено вивчення стероїдних сполук в траві та плодах якірців сланких.

Результати. Було встановлено наявність високого вмісту γ -ситостеролу (16,95 мг/кг) в траві якірців сланких та стигмастеролу (1,86 мг/кг) в плодах.

Висновок. Отримані дані можуть бути використані для стандартизації сировини якірців сланких.

Ключові слова: якірці сланкі, стероїдні сполуки, газова хроматографія.

ВСТУП

На сьогодні все більше чоловіків скаржаться на еректильну дисфункцію. Вчені прогнозують, що до 2025 року 322 мільйони чоловіків будуть страждати на дану патологію [5].

Для корекції еректильної дисфункції часто застосовують рослини, які містять стероїдні сполуки. Однією з таких рослин є якірці сланкі [2,3,4]. В Україні рослина не є офіційною.

Тому з метою поглибленого фітохімічного дослідження якірців сланких доцільним було вивчення стероїдних речовин в траві та плодах даної рослини.

МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ

Визначення стероїдних сполук проводили методом ГХ/МС на хроматографі Agilent Technologies 6890 з мас-спектрометричним детектором 5973 за наступною методикою [1].

50 мг сировини вміщували до віали на 2 мл, додавали внутрішній стандарт (тридекан) та 0,6 мл розчинника (хлористий метилен). Суміш витримували 3 години при 50°C в ультразвуковому екстракторі при кімнатній температурі протягом доби. Екстракт зливали у віалу на 2 мл та концентрували продувкою (100 мл/хв.) чистим азотом до залишкового об'єму екстракту 10 мкл.

Ведення проби (3 мкл) в хроматографічну колонку проводили в режимі splitless, тобто без поділу потоку протягом 0,5 хв., що дозволило ввести пробу без втрат на поділ та суттєво (в 10-20 разів) збільшити чутливість методу хроматографування. Швидкість введення проби 1,2 мл/хв.

При проведенні аналізу додержувалися наступних умов хроматографування: хроматографічна колонка – капілярна DB-5, внутрішній діаметр 0,25 мм, довжина 30 м; швидкість газу носія (гелій) 1,2 мл/хв; температура випаровувача 350°C, температура термостата запрограмована від 50° до 320°C зі швидкістю 4 град/хв.

Для ідентифікації компонентів використовували бібліотеку мас-спектрів NIST05 та WILEY 2007 із загальною кількістю спектрів більше 470000 у поєднанні з програмами для ідентифікації AMDIS та NIST.

Для розрахунку кількісного вмісту застосовували метод внутрішнього стандарту. Розрахунок вмісту компонентів (С, мг/кг) проводили за формулою:

$$C = K_1 \cdot K_2,$$

де $K_1 = \frac{P_1}{P_2}$ (P_1 – площа піку речовини, що досліджується, P_2 – площа піку стандарту);

$K_2 = 50/M$ (50 – маса внутрішнього стандарту (мкг), який вводили у зразок, M – наважка зразка (мг)).

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Газові хроматограми визначення стероїдних сполук в сировині якріців сланких наведені на рис.1-2.

Час утримання ідентифікованих речовин наведено в таблиці 1.

Результати визначення кількісного вмісту стероїдних сполук наведені в таблиці 2.

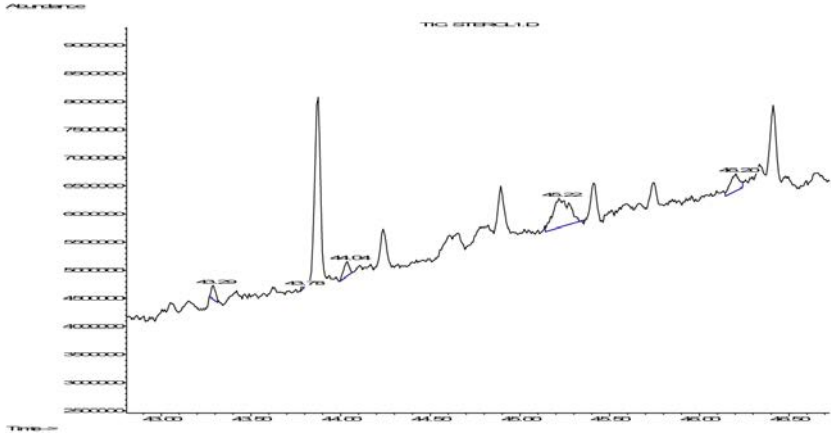


Рис. 1. Газові хроматограми стероїдних сполук трави якріців сланких

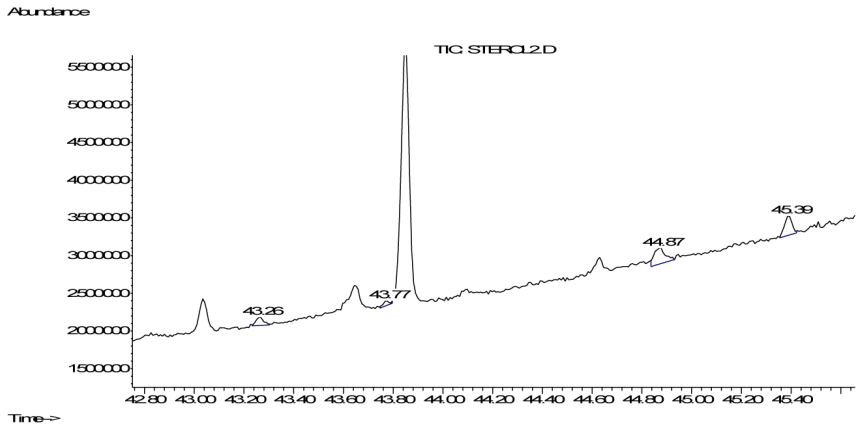


Рис. 2. Газові хроматограми стероїдних сполук плодів якріців сланких

Таблиця 1

Час утримання ідентифікованих стероїдних сполук у сировині якрців сланких

№ з/п	Сполука	Час утримання, хв.	
		трава	плоди
1.	γ-токоферол	43,29	43,27
2.	Стигмаста-3,5-дієн	43,78	43,74
3.	Вітамін Е	44,04	-
4.	Стигмастерол	-	44,88
5.	γ-ситостерол	45,22	45,39
6.	Стигмаста-4-єн-3-он	46,20	-

Таблиця 2

Кількісний вміст стероїдних сполук в сировині якрців сланких

№ з/п	Сполука	Час утримання, хв.	
		трава	плоди
1.	γ-токоферол	43,29	43,27
2.	Стигмаста-3,5-дієн	43,78	43,74
3.	Вітамін Е	44,04	-
4.	Стигмастерол	-	44,88
5.	γ-ситостерол	45,22	45,39
6.	Стигмаста-4-єн-3-он	46,20	-

За даними досліджень було встановлено наявність у траві якрців сланких 5 сполук стероїдної природи, у плодах – 4 стероїди.

Як видно з таблиці 2, у траві якрців сланких переважав γ-ситостерол, у плодах – стигмастерол.

ВИСНОВКИ

Методом газової хроматографії в траві та плодах були ідентифіковані стероїдні сполуки, а також встановлено їх кількісний вміст. В результаті експерименту встановлено, що в траві переважав γ-ситостерол, а в плодах – стигмастерол. Результати проведених досліджень можуть бути використані при розробці методик контролю якості на сировину якрців сланких.

Література

1. Стероидные соединения сырья *Verbascum thapsus* L. / А.А. Волошина, В.С. Кисличенко, И.А. Журавель, Н.Е. Бурда // *Рецепт.* – 2013. – № 2 (88). – С. 95-99.
2. Kalyani H. Barve. Herbs in the treatment of diabetes induced erectile Dysfunction / Kalyani H. Barve // *J. Pharm. Phytother.* – 2013. – Vol. 1:2. – P. 2-8.
3. Pharmacologically screened aphrodisiac plant-A review of current scientific literature / D.K. Patel, R. Kumar, S.K. Prasad, S. Hemalatha // *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine.* – 2011. – № 1. – P. 131-138.
4. Raghunath T. Mahajan Manifestation of erectile dysfunction with adaptogenic antioxidant aphrodisiac plants / Raghunath T. Mahajan, Swapnali M. Gajare // *Int J Pharm Biomed Res.* – 2012. – Vol. 3(1). – P. 52-68.

5. Sebuia S. Semenya. Ethnobotanical survey of medicinal plants used by Vapedi traditional healers to treat erectile dysfunction in the Limpopo Province, South Africa / Sebuia S. Semenya and Martin J. Potgieter // Journal of Medicinal Plants Research. 2013. – Vol. 7 (7). – P. 349-357.

Н.Е. Бурда, Б.М. Кливняк, И.А. Журавель, Я.В. Рожковскій

Определение стероидных соединений в сырье якорцов стелющихся

**Национальный фармацевтический университет,
Одесский национальный фармацевтический университет**

Введение. Якорцы стелющиеся используют для коррекции эректильной дисфункции у мужчин. Данный эффект проявляют стероиды.

Цель. С целью детального изучения якорцов стелющихся исследованы стероидные соединения в траве и плодах данного растения.

Материалы и методы. Методом газовой хроматографии было проведено изучение стероидных соединений в траве и плодах якорцов стелющихся.

Результаты. Было установлено наличие высокого содержания γ -ситостерола (16,95 мг/кг) в траве якорцов стелющихся и стигмастерола (1,86 мг/кг) в плодах.

Вывод. Полученные данные могут быть использованы для стандартизации сырья якорцов стелющихся.

Ключевые слова: якорцы стелющиеся, стероидные соединения, газовая хроматография.

N. Ye. Burda, B. M. Klyvniak, I. O. Zhuravel, Ya. V. Rozhkovskiy

Determination of steroid compounds in raw materials of puncture vine

National University of Pharmacy, Odessa National Medical University

Introduction. Puncture vine is used for the correction of erectile dysfunction in men. This effect is shown by steroids.

Aim. To study puncture vine in details there were investigated steroid compounds in herb and fruits of this plant.

Materials and methods. There were studied steroid compounds in herb and fruits of puncture vine with the help of gas chromatography.

Results. There was reported the presence of a high content of γ -sitosterol (16.95 mg/kg) in herb of puncture vine and stigmasterol (1.86 mg/kg) in its fruits.

Conclusion. The obtained data can be used for standardization of raw materials of puncture vine.

Key words: puncture vine, steroid compounds, gas chromatography

Відомості про авторів:

Бурда Надія Євгенівна – к. фарм. н., асистент кафедри хімії природних сполук НФаУ. Адреса: 61002, Харків, вул. Пушкінська, 53, тел.: (0572) 67-93-63.

Журавель Ірина Олександрівна – д. фарм. н., професор кафедри хімії природних сполук НФаУ. Адреса: 61002, Харків, вул. Пушкінська, 53, тел.: (0572) 67-93-63.

Кливняк Богдан Михайлович - здобувач кафедри організації, економіки фармації та фармакогнозії. Одеський національний медичний університет. Адреса: 65082, м. Одеса, Валіховський провулок, 2.

Рожковскій Ярослав Володимирович – д. мед. н., професор, зав. кафедри організації, економіки фармації та фармакогнозії ОНМУ. Адреса: 65082, м. Одеса, Валіховський провулок, 2.