

НПВО-ИК-ФУРЬЕ КЛАССИФИКАЦИЯ ФАЛЬСИФИКАТОВ ЭФИРНОГО МАСЛА ЛАВАНДЫ С ДАЛЬНЕЙШИМ ПОДТВЕРЖДЕНИЕМ МЕТОДОМ ГХ-МС

Белоносова В.А., Данилов Д.А.

*Уральский федеральный университет, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19
bielonosova@gmail.com*

Масло, извлекаемое из цветущих соцветий лаванды узколистой (*Lavandula angustifolia*), известное также как масло лаванды – это эфирное масло, которое находит широкое применение в различных сферах жизни человека. Эфирные масла широко применяются в производстве косметических средств, а также используются для ароматизации помещений — их добавляют в аромалампы, аромадиффузоры или испаряют в банях и саунах. Лавандовое масло славится своими «успокаивающими» свойствами: устраняет кожные раздражения и способствует снижению тревожности у человека.

В настоящее время до 90 % коммерчески доступного лавандового масла является подделкой. Это можно объяснить низкой стоимостью синтетически полученных основных компонентов лавандового масла: линалоола и линалил ацетата. Выделяют 4 вида фальсификации эфирных масел: введение синтетических добавок, обогащение изолятами, классическое разбавление и частичная или полная замена дешевыми маслами.

ГХ-МС является “золотым стандартом” в качественном и количественном анализе сложных смесей летучих и полулетучих веществ, поэтому идеально подходит для данного объекта анализа. Однако применение неизвестных типов промышленных растворителей требует оптимизации метода пробоподготовки для каждого образца. Метод ИК-Фурье спектроскопии с приставкой НПВО позволяет получать информацию об образце без предварительной пробоподготовки.

Работа НПВО-ИК-Фурье классификации с неизвестным образцом делится на 2 этапа. На первом шаге происходит установление подлинности эфирного масла. Если образец является фальсификатом, то система позволяет определить вид фальсификации, используемый растворитель и сделать выбор дальнейшей пробоподготовки для дальнейшего анализа с помощью ГХ-МС. Сочетание двух методов позволяет объединить простоту и скорость получения ИК-спектров с уникальной селективностью ГХ-МС.

Для проведения исследования была создана библиотека ИК-спектров, которая содержит несколько групп соединений: натуральные эфирные масла лаванды, основные компоненты эфирного масла, промышленные растворители, синтетические смеси. В ходе работы использовалось 2 вида синтетических смесей. Первой группой являлись образцы, полученные в ходе разбавления натурального масла промышленными растворителями. Вторая группа – смоделированные синтетические смеси, содержащие линалоол, линалил ацетат и камфору. В роли промышленного растворителя использовали: очищенный керосин, 3-метокси-3-метил-1-бутанол, пропиленгликоль и изопропилмиристат.

ПАРОФАЗНЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ИССОПА ЛЕКАРСТВЕННОГО

Толочилин Н.А., Копытин К.А., Онучак Л.А.

*Самарский национальный исследовательский университет им. ак. С.П. Королева
Российская Федерация, 443033, г. Самара, Московское ш., 34.
nitol98@mail.ru*

Актуальным вопросом современной аналитической химии и фармакогнозии является процедура контроля подлинности и качества лекарственного растительного сырья (ЛРС) и

фитопрепаратов на их основе, которую можно облегчить при помощи метода статического паровозного анализа (ПФА) с ГХ-ПИД.

В работе исследован состав летучих компонентов в равновесной паровой фазе (РПФ) иссопа лекарственного (*Lamiaceae*) различного происхождения (ботанический образец г. Самара, «Травы горного Крыма», «Родные травы», «Русские корни») методами ПФА-ГХ-ПИД и ПФА-ГХ-МС. РПФ растения получали следующим образом: навеску высушенного измельченного сырья массой 3 г помещали в герметичный флакон объемом 10 мл и выдерживали при температуре 40-140 °С (с интервалом в 20 °С) в термостате в течение 20 минут. Полученный газовый экстракт образца отбирали в предварительно нагретый медицинский стеклянный шприц в объеме 1 см³.

ПФА-ГХ-ПИД исследование проводили на газовом хроматографе «Кристалл 5000.2», на кварцевой капиллярной колонке RTX-5 с малополярной 5%-дифенил-95%-диметилполисилоксановой неподвижной фазой (30 м × 0,32 мм, d_f = 0,25 мкм). Газ-носитель – азот, скорость 1 см³/мин. Давление газа-носителя на входе в колонку — 35 кПа, деление потока — 1:50. Питание ПИД: водород – 25 см³/мин, воздух – 250 см³/мин. Анализ проводили при линейном программировании температуры: 2 минуты изотерма 40 °С, затем нагрев 4 °С/мин до 160 °С. Температура детектора и испарителя – 200 °С. В аналогичных условиях проводили ГХ-МС исследование РПФ для идентификации компонентов. На основе полученных экспериментальных данных рассчитывали индексы удерживания Ван ден Доола и Кратца при линейном программировании температуры (I_i^T) и относительные площади пиков ($A_{отн,i}$) летучих компонентов ЛРС.

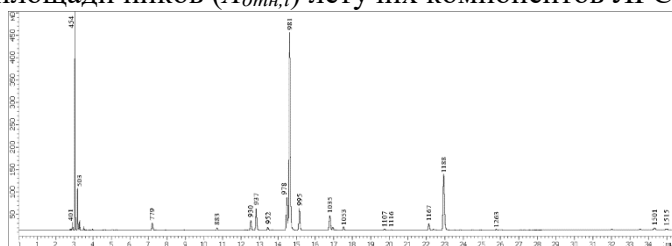


Рис. 1. Хроматограмма РПФ образца ЛРС иссопа лекарственного (Ботанический сад) при температуре экстракции паровой фазы 80 °С.

По результатам исследования получены хроматограммы РПФ образцов (рис. 1), проведена идентификация компонентов по библиотеке индексов удерживания Ван ден Доола и Кратца при программировании температуры, библиотеки масс-спектров базы данных NIST 2.0 и литературным данным. Всего в четырех образцах

ЛРС иссопа лекарственного зарегистрировано 49 соединений, 10 из которых присутствуют во всех образцах: 3-метил-1-бутен (454), 2-метил-1-бутен (499), 2-метилпропаналь (558), 2-метилбутаналь (652), 3-метилбутаналь (663), гексанол (882), α-пинен (936), β-пинен (981), изопинокамфон (1173), пинокамфон (1187). Эти вещества объединены в так называемый «многокомпонентный маркер» иссопа лекарственного, который можно использовать для идентификации и определения подлинности ЛРС иссопа лекарственного различного происхождения. Построены headspace-спектры летучих соединений ЛРС иссопа лекарственного, которые представляют собой специфичный образ растения, зависящий от района происхождения.

Полученные результаты подтверждают возможность применения метода ПФА-ГХ-ПИД как экспрессного метода для осуществления аналитического контроля ЛРС иссопа лекарственного, который может быть дополнен методом ПФА-ГХ-МС при необходимости, чтобы получить полные сведения о составе летучих компонентов растения.