

Київський національний університет імені Тараса Шевченка
Хімічний факультет

Тези доповідей

XXIII Міжнародна конференція
студентів, аспірантів та молодих вчених
"Сучасні проблеми хімії"

Book of abstracts

23rd International Conference for Students,
PhD students and young scientists
"Modern Chemistry Problems"



18 - 20 травня 2022 рік

Київський національний університет імені Тараса Шевченка

Хімічний факультет

ТЕЗИ ДОПОВІДЕЙ

XXIII Міжнародної конференції студентів, аспірантів

та молодих вчених

«СУЧАСНІ ПРОБЛЕМИ ХІМІЇ»

Book of abstracts

XXIII International Conference for Students, PhD Students

and Young Scientists

«MODERN CHEMISTRY PROBLEMS»

Київ, 18-20 травня 2022 р.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СКВАЛЕНУ МЕТОДОМ РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ В ДІСТИЧНІЙ ДОБАВЦІ

Бугайов М.¹, Глушаченко О.¹, Сиротчук О.^{1,2}

¹ НМУ ім. О.О. Богомольця, Київ, вулиця Пушкінська 22, 02000 Київ, Україна,

² ДП «Центральна лабораторія аналізу якості лікарських препаратів та медичної продукції», вул. Кудрявська 10-Г, 04053 Київ, Україна; syrotchuk@gmail.com

Сквален – речовина природного походження, що використовуються для виготовлення дістичних добавок. Традиційно для кількісного визначення речовин застосовується хроматографічна фаза на основі силікагелю з прищепленими октадецильними групами ($\text{SiO}_2\text{-C}^{18}$). Такий сорбент є гідрофобним і для елюювання з його поверхні гідрофобного сквалену ($\log P=11,6$) потрібно використовувати чистий ацетонітрил або метанол в якості рухомої фази. Такі розчинники є токсичними і сучасні підходи до розробки методик визначення передбачають зменшення або уникнення використання таких розчинників. Етанол - один з найбільш екологічно безпечних органічних розчинників, що робить його особливо бажаним розчинником для «зеленої» аналітичної хімії.

Об'єктом вказаного дослідження були дістична добавка сквален Squalene NATURE'S ORIGIN, For Health By Earth. В роботі використовувався рідинний хроматограф Agilent 1100 HPLC з діодно-матричним детектором (Agilent, США), реактиви для рідинної хроматографії, колонки Discovery HS C18 250×4,6 5 мкм та Discovery F5 250×4,6 5 мкм.

При виборі хроматографічної колонки було встановлено фактори утримування сквалену та альфа-токоферолу при використанні $\text{SiO}_2\text{-PFP}$ хроматографічної фази в комбінації з водно-ацетонітрильними і водно-етанольними сумішами в якості рухомих фаз в діапазоні від 80 до 95% вмісту органічного компоненту. Виявлено відмінність в тенденціях зміни факторів утримування сквалену і токоферолу ацетату при використанні етанолу і ацетонітрилу як органічного розчинника рухомої фази. При зменшенні частки етанолу в рухомій фазі утримування і розділення сполук зростає. За вмісту етанолу 85% коефіцієнт розділення R_s між скваленом та токоферолом ацетатом становить 3,1, тоді як за тих самих умов при використанні ацетонітрилу в рухомій фазі коефіцієнт розділення становив 1,0, що означає практичну відсутність розділення між сполуками. Це ймовірно пов'язано з ефектом екранування $\pi\text{-}\pi$ взаємодії π -елекtrонами молекули ацетонітрилу і зменшення селективності нерухомої фази. При використанні $\text{SiO}_2\text{-C}^{18}$ в якості нерухомої фази, за рахунок більшої гідрофобності цієї фази, фактори утримування сполук перевищують відповідні значення отримані на $\text{SiO}_2\text{-PFP}$. Так за 95% вмісту етанолу на C18 к сквалену рівний 3,08, а на PFP 0,35. Виходячи з отриманих даних для методики хроматографування було обрано $\text{SiO}_2\text{-PFP}$ в комбінації з водно-етанольною рухомою фазою, з вмістом етанолу 85%. Розроблену методику валідовано згідно державної фармакопеї України за показниками специфічність, лінійність і діапазон застосування, прецизійність, правильність. Показано, що методика здатна розділяти сквален з токоферолом ацетатом, який характеризується властивостями близькими до сквалену (близькі значення $\log P$). Лінійність методики доведено в діапазоні 0,13 – 0,31 мг/мл з коефіцієнтом кореляції $R=0,9991$ за практичної незначущості вільного члена та залишкового квадратичного відхилення. За результатами перевірки збіжності невизначеність методики становила 1,44%. Правильність методики перевірена методом стандартних добавок становила 0,9% відхилення від номінального значення. Всі встановлені параметри відповідали розрахованим критеріям.

Отже, встановлено хроматографічні параметри утримування сквалену з використанням рухомих фаз, що містили ацетонітрил або етанол в комбінації з водою на нерухомих фазах двох типів – з прищепленими до силікагелю $\text{SiO}_2\text{-C}^{18}$ і $\text{SiO}_2\text{-PFP}$ групами. Використання $\text{SiO}_2\text{-PFP}$ в комбінації з етанолом дає змогу експресно (час утримування сквалену 5 хв) і екобезпечно визначати сквален в дістичній добавці. Розроблено і валідовано методику кількісного визначення, що відповідає вимогам державної фармакопеї України.