

Дейнека Людмила Александровна – к.х.н., доцент кафедры общей химии Белгородского университета

Симаков Сергей Вадимович – к.х.н., доцент кафедры общей химии Белгородского университета

Селеменев Владимир Федорович – д.х.н., профессор, зав.кафедрой аналитической химии Воронежского государственного университета

Deineka Ludmila A. Ph.D. (Chemistry), reader, Belgorod State University, E-mail: deineka@bsu.edu.ru

Simakov Sergey V. Ph.D. (Chemistry), reader, Belgorod State University, E-mail: simakov@031.ru

Selemenev Vladimir F. – Dr.Sci. (Chemistry) professor of Voronezh State University, Voronezh, E-mail: common@anch.vsu.ru

УДК 667. 5. 032.

Определение параметров удерживания флавоноидов методом тонкослойной хроматографии

Беланова Н.А., Карпов С.И., Селеменев В.Ф., Чепелева Е.О.

ГОУ ВПО «Воронежский государственный университет», Воронеж

Поступила в редакцию 30.04.2010 г.

Аннотация

Определены наиболее оптимальные системы хроматографирования для флавоноидов ((+)-катехина, кверцетина, рутина, нарингина). Показано влияние полярности растворителя на разделение флавоноидов методом ТСХ.

Ключевые слова: тонкослойная хроматография, флавоноиды, (+)-катехин, кверцетин, рутин, нарингин

Optimal elution systems are determined for chromatographic separations of flavonoids ((+)-catechin, quercetin, rutin, naringin). It has been shown the influence of solvent polarity on the separation of flavonoids by TLC.

Keywords: TLS method, flavonoids, (+)-catechin, quercetin, rutin, naringin

Введение

В настоящее время флавоноиды пользуются непрерывно возрастающим вниманием исследователей. Это обусловлено в значительной степени их ценностью для медицины как источников противовоспалительных, противоопухолевых препаратов [1].

В настоящее время для определения флавоноидов применяют такие методы, как спектрофотометрия, высокоэффективная жидкостная хроматография, титриметрический метод определения, капиллярный электрофорез, тонкослойная хроматография [1-3]. Наиболее экспрессным из них является хроматография в тонком слое сорбента.

Эксперимент

Цель работы: выбор условий определения флавоноидов методом тонкослойной хроматографии.

Объекты исследования: (+)-катехин ((+)-Catechin hydrate «Sigma-Aldrich», Германия), кверцетин (ООО «Катроса», Россия), рутин (Rutin «Acros», Германия), нарингин (Naringin «Sigma-Aldrich», Германия). Хроматографирование проводилось на пластинах «Sorbfil-ПТСХ-П-А». Объем пробы 1 мкл.

Системы для элюирования методом ТСХ готовились смешиванием компонентов в указанных соотношениях (табл. 1) непосредственно перед применением. Для детектирования флавоноидов использовали диазотированную сульфаниловую кислоту [1, 2].

Обсуждение результатов

Как правило, в растительном материале флавоноиды присутствуют не как индивидуальные вещества, а в виде смесей. Вследствие этого наиболее интересным является разделение компонентов, относящихся к разным группам флавоноидов. В данной работе использовали (+)-катехин, относящийся к флаван 3-олам, кверцетин – к флаванолам, рутин и нарингин – к гликозилированным флаванонам [2]. Для анализа использовали спиртовые растворы индивидуальных флавоноидов, а также их смеси.

Таблица 1. Параметры удерживания (R_f) (+)-катехина, кверцетина, рутина, нарингина в различных системах элюирования.

№	система элюирования	вещество/ R_f , см			
		(+)-катехин	кверцетин	рутин	нарингин
1	амиловый спирт - уксусная кислота - вода (2:1:1)	0,74±0,03	0,82±0,03	0,42±0,02	0,52±0,02
2	хлороформ - метанол - вода (26:14:3)	0,72±0,03	0,78±0,02	0,47±0,02	0,63±0,01
3	бутанол - уксусная кислота - вода (4:1:5)	0,79±0,02	0,83±0,02	0,52±0,03	0,60±0,02
4	бутанол - уксусная кислота - вода (40:12:29)	0,79±0,04	0,82±0,03	0,47±0,03	0,72±0,03
5	уксусная кислота - вода (60:40)	0,91±0,05	0,87±0,02	0,88±0,04	-*

*- данных нет

Разделение в тонкослойной хроматографии определяется селективностью разделения и разрешающей способностью [4]. Селективность разделения отображает различие между коэффициентами распределения, т.е. химический разделительный потенциал для двух веществ. Разрешение (для двух соседних зон) определяется тремя факторами: селективностью, структурой слоя, средним значением R_f для разделяемой пары. Разрешение двух зон считается полным при $R_s \geq 1,5$ [4, 5]. Данные приведены в табл. 2.

Как видно из табл. 2, наилучшее разделение наблюдается в системе 1 и 2, где значения α и R_s являются наибольшими.

Для оптимизации условий определения флавоноидов провели оценку полярности системы растворителей [6]. Для этого использовали такие параметры полярности как: ϵ_r - диэлектрическая проницаемость, μ - дипольный момент, P' -

параметр полярности по Снайдеру, P^0 и P_N - нормализованный и редуцированный параметр полярности. Сила растворителя смеси рассчитывается из сил растворителей для индивидуальных компонентов S_i и объемных долей этих компонентов φ_i [5]:

$$S = \sum S_i * \varphi_i$$

Упомянутые параметры устанавливают похожие в большей или меньшей степени порядки изменения полярности растворителей применяемых нами для хроматографирования флавоноидов. Уменьшение полярности системы приводит к улучшению разделения флавоноидов.

Таблица 2. Параметры хроматографического разделения флавоноидов.

вещество	система элюирования							
	система 1		система 2		система 3		система 4	
	α	R_s	α	R_s	α	R_s	α	R_s
(+)- катехин	1,60	2,52	1,39	3,28	1,75	1,00	1,47	0,66
кверцетин	2,62	4,73	1,51	1,29	2,40	4,67	1,78	3,96
нарингин								
рутин	1,50	1,71	1,90	3,3	1,33	1,23	1,47	1,5

α - селективность разделения

$$\alpha = \frac{D_2}{D_1} = \frac{\left(\frac{1}{R_{f1}} - 1\right)}{\left(\frac{1}{R_{f2}} - 1\right)}$$

R_s - разрешение для двух соседних зон

$$R_s = \frac{\Delta X}{\frac{(w_1 + w_2)}{2}}$$

Сравнение результатов хроматографического разделения флавоноидов (параметров удерживания, величин селективности, разрешения) в рассмотренных выше системах при варьировании полярности элюента, показывает, что оптимальными системами элюирования являются система 1 (хлороформ - метанол - вода (26:14:3)) и система 2 (амиловый спирт - уксусная кислота - вода (2:1:1)).

Список литературы

1. Корулькин Д.Ю., Абилов Ж.А., Музыка Р.А., Толстик Г.А. Природные флавоноиды. - Новосибирск: Гео, 2007. - 232 с.
2. Запрометов М.Н. Биохимия катехинов. - М.: Наука, 1964. - 295 с.
3. Блажей А., Шутый Л. Фенольные соединения растительного происхождения / Пер. со словацкого А.П.Сергеева. - М.: Мир, 1977. - 240 с.
4. Гейсс Ф. Основы тонкослойной хроматографии. Том 1. / Пер. с англ. под ред. Березкина В.Г. - Москва 1999. - 406 с.
5. Сумина Е.Г., Штыков С.Н., Тюрина Н.В. Тонкослойная хроматография. Теоретические основы и практическое применение. - Саратов : изд-во саратовского университета, 2006. - 112 с.
6. Рудаков О.Б., Востров И.А., Федоров С.А., Филиппов А.А., Селеменев В.Ф., Приданцев А.А. Спутник хроматографиста. - Воронеж, 2004. - 528 с.

Беланова Наталья Анатольевна – вед. инженер кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж тел. (4732) 20-89-32

Карпов Сергей Иванович – к.х.н., доцент кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж

Селеменов Владимир Федорович – д.х.н., профессор, зав. каф. аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж

Чепелева Екатерина Олеговна – студентка кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж

Belanova Natalia A. – the senior engineer department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, e-mail: belanovana@mail.ru

Karpov Sergey I. – the senior lecturer of department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, e-mail: karsiv@mail.ru

Selemenov Vladimir F. – the professor, head of the department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, e-mail: common@chem.vsu.ru

Shepeleva Ekaterina O. – student of chemical faculty, Voronezh State University

УДК 541.13:541.183.12

Гидродинамические явления на межфазной границе в стратифицированной системе с сульфокатионообменной мембраной при высокоинтенсивных токовых режимах

Жильцова А.В., Васильева В.И., Малыхин М.Д.

ГОУ ВПО «Воронежский государственный университет», Воронеж

Поступила в редакцию 04.05.2010 г.

Аннотация

Методом лазерной интерферометрии экспериментально исследованы закономерности возникновения и развития гидродинамической неустойчивости в растворе у поверхности сульфокатионообменной мембраны при высокоинтенсивных токовых режимах. Величины нормальной составляющей скорости гидродинамических пульсаций, доставляющих вещество из глубины раствора к поверхности мембраны и интенсифицирующих массоперенос, были сопоставимы со скоростью подачи раствора в мембранный канал.

Ключевые слова: ионообменная мембрана, гидродинамическая неустойчивость, высокоинтенсивные токовые режимы

Application of laser interferometry allowed visualization the process of formation and development of the hydrodynamic instability at the boundary with cation-exchange membrane in a wide range of current densities. The study of hydrodynamic state in solution at the interphase boundary demonstrated that in the high-intensive current modes the values of the normal components of the flow rate for hydrodynamic pulsations supplying substance from the bulk of solution to the surface of membrane and intensifying mass transfer were comparable with supply flow rate of solution into membrane passage flow.

Keywords: ion-exchange membrane, hydrodynamic instability, overlimiting current

Введение

Идентификация реальных механизмов переноса в электромембранных системах и их количественное описание возможно лишь в том случае, когда экспериментальное определение электрохимических характеристик сопровождается