

Разработка подходов к стандартизации цветков сирени обыкновенной

А.Д. Серебрякова, В.А. Куркин

Самарский государственный медицинский университет,
Российская Федерация, 444099, Самара, ул. Чапаевская, д. 89

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Серебрякова Анастасия Дмитриевна – аспирант кафедры фармакогнозии с ботаникой и основами фитотерапии Самарского государственного медицинского университета (СамГМУ). Тел.: +7 (846) 260-33-59. E-mail: lazymoon93@mail.ru. ORCID: 0000-0003-1374-8344

Куркин Владимир Александрович – заведующий кафедрой фармакогнозии с ботаникой и основами фитотерапии СамГМУ, доктор фармацевтических наук, профессор. Тел.: +7 (846) 260-33-59. E-mail: v.a.kurkin@samsmu.ru. ORCID: 0000-0002-7513-9352

РЕЗЮМЕ

Введение. Представители рода Сирень (*Syringa* L.) – ценные лекарственные растения, обладающие иммуномодулирующим, адаптогенным, антидепрессивным и анксиолитическим действием. В качестве лекарственного растительного сырья зарегистрирована кора сирени обыкновенной. Перспективным видом сырья являются цветки сирени обыкновенной, содержащие фенилпропаноиды.

Цель работы: разработка методики количественного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной.

Материал и методы. Исследование цветков сирени обыкновенной проводилось методом прямой спектрофотометрии с использованием стандартного образца хлорогеновой кислоты.

Результаты. Определены оптимальные условия экстракции фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной: экстрагент – 60% этиловый спирт; соотношение «сырье-экстрагент» – 1:100; время экстракции – 45 мин, степень измельчения – 1 мм. Установлено, что содержание суммы фенилпропаноидов в пересчете на хлорогеновую кислоту в цветках сирени обыкновенной колеблется от 5,54 до 6,19%.

Заключение. Разработана методика количественного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной методом прямой спектрофотометрии с использованием стандартного образца хлорогеновой кислоты при аналитической длине волны 330 нм. Ошибка единичного определения с доверительной вероятностью 95% составляет ±1,89%.

Ключевые слова: сирень обыкновенная, *Syringa vulgaris* L., цветки, фенилпропаноиды, стандартизация, спектрофотометрия, хлорогеновая кислота.

Для цитирования: Серебрякова А.Д., Куркин В.А. Разработка подходов к стандартизации цветков сирени обыкновенной. Фармация, 2021; 70 (3): 26–30. <https://doi.org/10.29296/25419218-2021-03-05>

ELABORATION OF APPROACHES TO STANDARDIZING THE COMMON LILAC (SYRINGA VULGARIS) FLOWERS

A.D. Serebryakova, V.A. Kurkin

Samara State Medical University, 89, Chapaevskaya St., Samara 444099, Russian Federation

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Serebryakova Anastasiya Dmitrievna – Post-graduate student of Department of the Pharmacognosy with Botany and the basics of Phytotherapy of the Samara State Medical University (SamSMU). Tel.: +7 (846) 260-33-59. E-mail: lazymoon93@mail.ru. ORCID: 0000-0003-1374-8344

Kurkin Vladimir Aleksandrovich – Head of the Department of Pharmacognosy with Botany and the basics of Phytotherapy of the SamSMU, Doctor of Pharmaceutical Sciences, Professor. Tel.: +7 (846) 260-33-59. E-mail: v.a.kurkin@samsmu.ru. ORCID: 0000-0002-7513-9352

SUMMARY

Introduction. The representatives of the *Syringa* genus are valuable medicinal plants that have immunomodulatory, adaptogenic, antidepressant, and anxiolytic activities. The bark of common lilac (*Syringa vulgaris*) is registered as a medicinal plant raw material. The promising type of raw material is common lilac flowers that contain phenylpropanoids.

Objective: to develop a procedure for quantitative determination of the amount of phenylpropanoids in the common lilac flowers.

Material and methods. Common lilac flowers were investigated by direct spectrophotometry using the standard sample of chlorogenic acid.

Results. The investigators defined optimal conditions for the extraction of phenylpropanoids from common lilac flowers: the extraction solvent was 60% ethyl alcohol; the raw material-to-extraction solvent ratio was 1:100; the extraction time was 45 min; the grinding degree was 1 mm. The total content of phenylpropanoids calculated with reference to chlorogenic acid in the common lilac flowers was found to range from 5.54 to 6.19%.

Conclusion. A procedure has been developed to quantify the amount of phenylpropanoids in the common lilac flowers by direct spectrophotometry using the standard sample of chlorogenic acid at an analytical wavelength of 330 nm. The error of a single measurement at a 95% confidence interval is $\pm 1.89\%$.

Key words: common lilac, *Syringa vulgaris* L., flowers, phenylpropanoids, standardization, spectrophotometry, chlorogenic acid.

For reference: Serebryakova A.D., Kurkin V.A. Elaboration of approaches to standardizing the common lilac (*Syringa vulgaris*) flowers. *Farmatsiya*, 2021; 70 (3): 26–30. <https://doi.org/10/29296/25419218-2021-03-05>

Введение

Сирень обыкновенная (*Syringa vulgaris* L.) бы-
строрастущее, ширококультивируемое
на территории Российской Федерации растение.
В коре сирени обыкновенной содержатся феноль-
ные соединения: фенилпропаноиды (сирингин,
кониферин, актеозид, форзитиазид), фенилэтан-
оиды и их гликозиды (тирозол, гидрокситиро-
зол, салидрозид), флавоноиды (кемпферол, астра-
галин), иридоиды (олеуропеин, норолеуропеин),
лигнан ларицирезинол и его гликозид, кума-
рин скополетин и др. [1]. Кора сирени была за-
регистрирована в качестве лекарственного
растительного сырья (ЛРС) для получения государ-
ственного стандартного образца сирингина – эле-
утерозида В, который применяется в стандартиза-
ции сырья и препаратов элеутерококка колючего
(*Eleutherococcus senticosus* Rupr. et Maxim) [1–3]. Так-
же из коры сирени были предложены препараты
(настойка и сироп), обладающие иммуномодули-
рующим, адаптогенным, анксиолитическими ан-
тидепрессивным действием [1].

Для оценки качества ЛРС «Сирени обыкновен-
ной кора» и препаратов на его основе «Сирени на-
стойка» и «Сирени сироп» разработаны методики
качественного и количественного анализа с ис-
пользованием стандартного образца сирингина
методами тонкослойной хроматографии, прямой
спектрофотометрии и высокоэффективной жид-
костной хроматографии [1–4].

Не менее интересными с точки зрения источ-
ника биологически активных соединений (БАС)
являются и другие части растения, в том числе
цветки сирени обыкновенной, также содержащие
фенилпропаноиды. В народной медицине цветки
сирени применяются в качестве средства, облада-
ющего противовоспалительными и антибактери-
альными свойствами, однако в настоящее время
степень изученности химического состава данно-
го вида сырья является недостаточной. С целью
введения цветков сирени обыкновенной в Госу-
дарственную фармакопею Российской Федерации

необходимо проведение комплекса фармакогно-
стических исследований, включая разработку
нормативной документации, подтверждающей
качество ЛРС.

Цель настоящего исследования – разработка
методики количественного определения суммы
фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновен-
ной.

Материал и методы

Объектом исследования служили цветки си-
рени обыкновенной, заготовленные в мае 2016–
2018 гг. в Ботаническом саду Самарского универ-
ситета (Тольятти) и в п. Смьшляевка (Самарская
область). Для количественного определения фе-
нилпропаноидов использован метод прямой
спектрофотометрии с применением стандартно-
го образца.

Результаты и обсуждение

В ходе разработки методики количествен-
ного определения суммы фенилпропаноидов
в цветках сирени обыкновенной были изуче-
ны УФ-спектры растворов водно-спиртовых из-
влечений из данного сырья. Установлено, что
в УФ-спектре водно-спиртового извлечения из
цветков сирени обыкновенной наблюдается
максимум поглощения при длине волны 330 нм
(рис. 1), который совпадает с максимумом погло-
щения раствора стандартного образца (СО) хло-
рогеновой кислоты (рис. 2). Таким образом, хло-
рогеновая кислота может быть использована в
разрабатываемой методике в качестве стандарт-
ного образца.

На следующем этапе разработки методи-
ки количественного определения были опреде-
лены оптимальные условия экстракции фенил-
пропаноидов из цветков сирени обыкновенной:
экстрагент – 60% этиловый спирт; соотношение
«сырье-экстрагент» – 1:100; время экстракции –
извлечение на кипящей водяной бане в течение
45 мин; степень измельчения сырья – 1 мм (табл. 1).

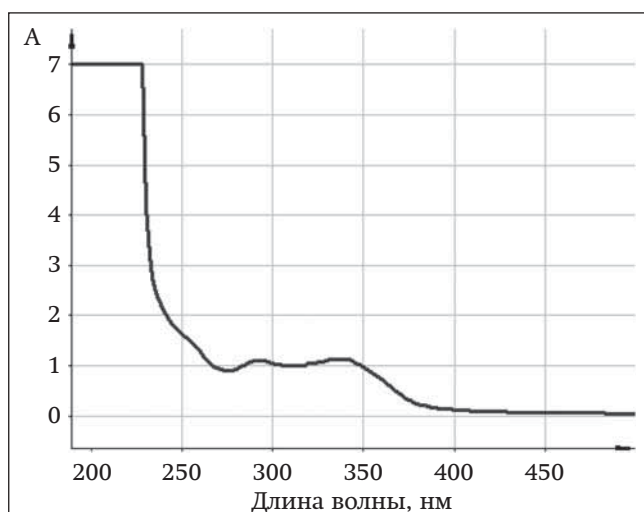


Рис. 1. УФ-спектр раствора водно-спиртового извлечения из цветков сирени обыкновенной
Fig. 1. UV spectrum of a solution of aqueous alcoholic extract from common lilac flowers

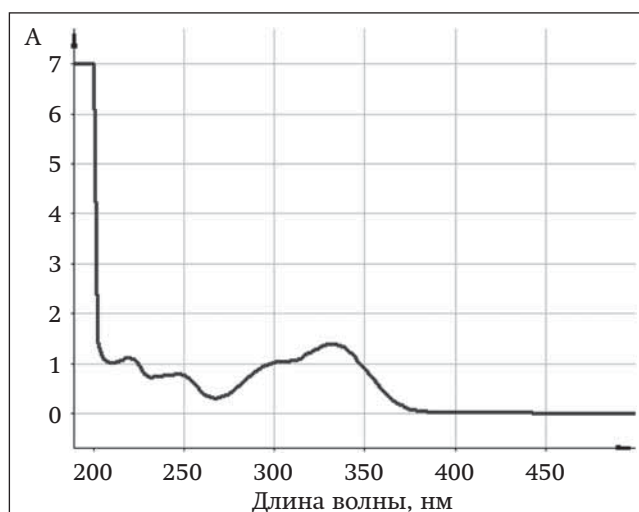


Рис. 2. УФ-спектр спиртового раствора хлорогеновой кислоты
Fig. 2. UV spectrum of an alcoholic solution of chlorogenic acid

Методика количественного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной. Аналитическую пробу сырья измельчают до размера частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями диаметром 1 мм. Около 1 г измель-

ченного сырья (точная навеска) помещают в колбу со шлифом вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл 60% этилового спирта. Колбу закрывают пробкой и взвешивают на тарированных весах с точностью до $\pm 0,01$. Колбу присоединяют к об-

Таблица 1

Влияние условий экстракции на полноту извлечения суммы фенилпропаноидов из цветков сирени обыкновенной

Table 1

Impact of extraction conditions on the completeness of extracting the amount of phenylpropanoids from common lilac flowers

№	Концентрация экстрагента (этилового спирта), %	Соотношение сырье: экстрагент	Время экстракции, мин	Степень измельчения, мм	Содержание суммы флавоноидов в пересчете на рутин и абсолютно сухое сырье, %
1	60	1:50	60	1	5,97 \pm 0,11
2	70				5,58 \pm 0,11
3	80				4,71 \pm 0,09
4	60	1:50	30	1	5,74 \pm 0,11
5			45		5,99 \pm 0,11
6			60		5,97 \pm 0,11
7			90		5,58 \pm 0,11
8	60	1:30	45	1	5,93 \pm 0,11
9		1:50			5,98 \pm 0,11
10		1:100			6,19 \pm 0,12
11	60	1:50	45	1	5,98 \pm 0,11
12				2	5,78 \pm 0,11

ратному холодильнику и нагревают на кипящей водяной бане (умеренное кипение) в течение 45 мин. Затем колбу охлаждают в течение 30 мин, закрывают той же пробкой, снова взвешивают и восполняют недостающий экстрагент до первоначальной массы. Извлечение фильтруют через бумажный фильтр (красная полоса). Испытуемый раствор готовят следующим образом: 1 мл полученного извлечения помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объем раствора до метки спиртом этиловым 96% (испытуемый раствор А). Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора на спектрофотометре при длине волны 330 нм (*Приготовление раствора стандартного образца хлорогеновой кислоты: около 0,020 г [точная навеска] хлорогеновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 30 мл 70% этилового спирта при нагревании на водяной бане. После охлаждения содержимого колбы до комнатной температуры доводят объем раствора 70% этиловым спиртом до метки [раствор А хлорогеновой кислоты]. Измеряют оптическую плотность раствора А на спектрофотометре при длине волны 330 нм).*

Содержание суммы фенилпропаноидов в пересчете на хлорогеновую и абсолютно сухое сырье в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot m_0 \cdot 100 \cdot 25 \cdot 1 \cdot 100 \cdot 100}{A_0 \cdot m \cdot 50 \cdot 100 \cdot (100 - W)},$$

где A – оптическая плотность испытуемого раствора; A₀ – оптическая плотность раствора СО хлорогеновой кислоты; m – масса сырья, г; m₀ – масса ГСО хлорогеновой кислоты, г; W – потеря в массе при высушивании, %.

В случае отсутствия стандартного образца хлорогеновой кислоты целесообразно использовать теоретическое значение удельного показателя поглощения – 497.

$$X = \frac{A \cdot 100 \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot 497 \cdot (100 - W)},$$

где A – оптическая плотность испытуемого раствора; m – масса сырья, г; 497– удельный показа-

Метрологические характеристики методики количественного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной

Таблица 2

Table 2

Metrological characteristics of a procedure for quantitative determination of the amount of phenylpropanoids in the common lilac flowers

f	\bar{X}	S	P, %	t (P, f)	±X	E, %
12	5,85	0,16	95	2,3	±0,11	±1,89

Таблица 3

Содержание суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной

Table 3

The total content of phenylpropanoids in the common lilac flowers

№	Характеристика образца сырья	Содержание суммы флавоноидов в пересчете на рутин в абсолютно сухом сырье, %
1	Ботанический сад Самарского университета, Самара (май 2015 г.)	6,19±0,12
2	Уральск (май 2016 г.)	5,78±0,11
3	Ботанический сад Самарского университета, Самара (май 2016 г.)	6,01±0,12
4	Тольятти (май 2018 г.)	5,54±0,11
5	Пензенская обл., Никольский р-н (май 2019 г.)	5,95±0,11

тель поглощения ($E_{1\text{ см}}^{1\%}$) СО хлорогеновой кислоты при 330 нм; W – потеря в массе при высушивании, %.

Результаты статистической обработки проведенных опытов свидетельствуют о том, что ошибка единичного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной с доверительной вероятностью 95% составляет ±1,89% (табл. 2).

Валидационная оценка разработанной методики проводилась по показателям: специфичность, линейность, правильность и воспроизводимость [5]. Специфичность методики определялась по соответствию максимумов поглощения комплекса фенилпропаноидов цветков сирени обыкновенной и хлорогеновой кислоты. Линейность методики определяли для серии растворов хлорогеновой кислоты (с концентрациями в диапазоне от 0,00880 до 0,03520 мг/мл). Коэффициент корреляции составил 0,98953. Правильность методики определяли методом добавок путем добавления раствора хлорогеновой

кислоты с известной концентрацией (25, 50 и 75%) к испытуемому раствору. Средний процент восстановления составил 98%.

С использованием разработанной методики было определено содержание суммы фенилпропаноидов в ряде образцов цветков сирени обыкновенной (табл. 3), которое колеблется от 5,54 до 6,19%. Полученные результаты позволяют рекомендовать в качестве нижнего предела для сырья данного растения содержание суммы фенилпропаноидов не менее 5,0%.

Заключение

Разработана методика количественного определения суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной методом прямой спектрофотометрии с использованием стандартного образца – хлорогеновой кислоты при аналитической длине волны 330 нм. Ошибка единичного определения с доверительной вероятностью 95% составляет $\pm 1,89\%$. Содержание суммы фенилпропаноидов в цветках сирени обыкновенной колеблется от 5,54 до 6,19%. Результаты проведенных исследований позволяют рекомендовать для цветков сирени обыкновенной нижний предел содержания суммы фенилпропаноидов $\geq 5,0\%$.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов

Conflict of interest

The authors declare no conflict of interest

Литература

1. Куркин В.А., Запесочная Г.Г., Авдеева Е.В., Ежков В.Н. Фенилпропаноиды лекарственных растений: Монография. Самара: ООО «Офорт», ГОУ ВПО «СамГМУ», 2005; 128.
2. Временная фармакопейная статья 42-2106-92 «Кора сирени обыкновенной».
3. Временная фармакопейная статья 42-2088-92 «Сирингин – стандартный образец».
4. Белов Н.П., Гайдукова О.С., Панов И.А., Паяев А.Ю. Лабораторный спектрофотометр для ультрафиолетовой области спектра. Известия высших учебных заведений. Приборостроение. Санкт-Петербург, 2011; 54 (5): 81–7.
5. Государственная Фармакопея Российской Федерации. – Четырнадцатое издание. В 4-х томах. М.: Министерство здравоохранения РФ, 2018. [Электронный ресурс] / URL: <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>.

References

1. Kurkin V.A., Zapesochnaya G.G., Avdeeva E.V., Ezhkov V.N. Phenylpropanoids of medicinal plants: Monography. Samara: ООО «OFORT», Samsmu, 2005; 128 (in Russian)
2. Temporary Pharmacopoeia article 42-2106-92. Cortex *Siringae vulgaris* – common lilac bark (in Russian)
3. Temporary Pharmacopoeia article 42-2088-92. Syringin is a standard sample. (in Russian)
4. Belov N.P., Gaidukova O.S., Panov I.A., Payaev A.Yu. Laboratory spectrophotometer for the ultraviolet region of the spectrum. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Priborostroyeniye. Saint Petersburg, 2011; 54 (5): 81–7. (in Russian)
5. The State Pharmacopoeia of the Russian Federation 14th Edition. M.: Ministry of Health of the Russian Federation, 2018. [Electronic resource]. Available at: URL: <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>. (in Russian)

Поступила 9 ноября 2020 г.

Received 9 November 2020

Принята к публикации 25 марта 2021 г.

Accepted 25 March 2021