

Научная статья

УДК 547.816.3

ИССЛЕДОВАНИЕ СУММЫ ФУРАНОКУМАРИНОВ *HERACLEUM SOSNOWSKYI*, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ЩЕЛОЧНОЙ ЭКСТРАКЦИИ

Денис Сергеевич Беспалов¹, Дмитрий Михайлович Егоров²

^{1, 2} Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Санкт-Петербург, Россия

¹ den_chim@mail.ru

² diavoly@mail.ru

Аннотация. В ходе исследования был выявлен профиль содержания различных фуранокумаринов в траве борщевика Сосновского, собранного на территории г. Санкт-Петербург. Разработана методика анализа химического состава образцов, содержащих фуранокумарины.

Ключевые слова: род *Heracleum*, Борщевик Сосновского, фуранокумарины, пробоподготовка, анализ, хромато-масс-спектрометрия

Для цитирования: Беспалов Д. С., Егоров Д. М. Исследование суммы фуранокумаринов *Heracleum sosnowskyi*, полученной методом щелочной экстракции // Научное творчество молодежи – лесному комплексу России = Scientific creativity of youth to the forest complex of Russia : материалы XXI Всероссийской (национальной) научно-технической конференции студентов и аспирантов. Екатеринбург : УГЛТУ, 2025. С. 891–896.

Original article

STUDY OF THE SUM OF FURANOCOUMARINS OF *HERACLEUM SOSNOWSKYI* OBTAINED BY ALKALINE EXTRACTION METHOD

Denis S. Bespalov¹, Dmitriy M. Egorov²

^{1, 2} Saint-Petersburg State Institute of Technology, St. Petersburg, Russia

¹ den_chim@mail.ru

² diavoly@mail.ru

Abstract. The study revealed the profile of the content of various furanocoumarins in the grass of Sosnovsky's borschweed collected on the territory of the city of St. Petersburg. The technique of analyzing the chemical composition of samples containing furanocoumarins was developed.

Keywords: genus *Heracléum*, *Heracléum sosnówskyi*, furanocoumarins, sample preparation, analysis, chromatography-mass spectrometry

For citation: Bepalov D. S., Egorov D. M. (2025) Issledovanie summy furanokumarinov *Heracleum sosnowskyi*, poluchennoj metodom shhelochnoj ekstrakcii [Study of the sum of furanocoumarins of *Heracleum sosnowskyi* obtained by alkaline extraction method]. Nauchnoe tvorchestvo molodezhi – le-snomu kompleksu Rossii [Scientific creativity of youth to the forest complex of Russia] : proceedings of the XXI All-Russian (national) Scientific and Technical Conference of undergraduate and postgraduate students. Ekaterinburg : USFEU, 2025. Pp. 891–896. (In Russ).

Ранее нами сообщалось об успешных экспериментах по выделению технической суммы фуранокумаринов борщевика Сосновского методом щелочной экстракции [1, 2]. Однако детального химического исследования образцов, полученных по приведенным методикам, до сих пор не проводилось. Это подтверждает актуальность изучения химического состава суммы фуранокумаринов.

Цель: исследование химического состава технической суммы фуранокумаринов, полученной методом щелочной экстракции.

Задачи:

- 1) подбор оптимального органического растворителя для приготовления раствора суммы фуранокумаринов;
- 2) подбор рациональных условий экстракции суммы фуранокумаринов органическим растворителем;
- 3) разработка и экспериментальная проверка методики анализа суммы фуранокумаринов;
- 4) изучение содержания различных производных кумарина в траве борщевика Сосновского, произрастающего на территории Ленинградской области.

Объект исследования: техническая сумма фуранокумаринов, полученная по разработанной автором методике.

Предмет исследования: содержание фуранокумаринов в исследуемом образце.

В экспериментальной части исследования приведена отработанная методика анализа суммы фуранокумаринов *Heracléum sosnówskyi*.

Для проведения анализа суммы фуранокумаринов методом хромато-масс-спектрометрии (ГЖХ-МС) готовили раствор фуранокумаринов в подходящем для данного метода растворителе из сухой суммы фуранокумаринов борщевика. Для этого сумма фуранокумаринов переосаждалась в виде коллоида из разбавленного щелочного раствора избытком разбавленной HCl. Схема происходящих при этом реакций изображена на рис. 1. Полученный раствор экстрагировался органическим растворителем.

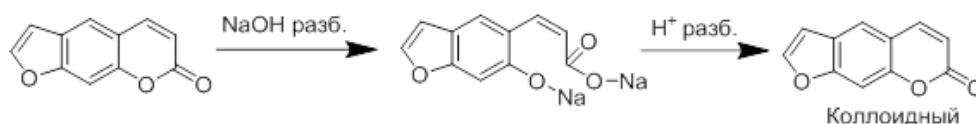


Рис. 1. «Лактонная проба» на примере псоралена. Разрыв лактонного кольца и образование соли кумаровой (цис-орто-оксикоричной) кислоты

Задача выбора оптимального растворителя для перевода в раствор суммы фуранокумаринов решалась экспериментально. Предпочтение отдавалось апротонным полярным растворителям с низкими температурами кипения. Для холостых опытов были взяты этилацетат, метил-третбутиловый эфир, метилен хлористый и его смесь с бензолом (70÷30 соответственно). Пробу растворителя встряхивали с коллоидным раствором фуранокумаринов, отделяли и испаряли до постоянного веса. Эффективность растворителя определялась массой извлеченного материала. Наиболее подходящим растворителем для перевода в раствор суммы фуранокумаринов был признан этилацетат.

Для определения состава суммы фуранокумаринов методом газожидкостной хроматографии – масс-спектрометрии (ГЖХ-МС) использовался прибор GCMS-QP2010 Ultra с автодозатором АОС-5000 Plus, колонкой Rtx-5MS (30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм). Параметры метода: испаритель – 270 °С; интерфейс – 270 °С; ионный источник – 290 °С; объем ввода – 1 мкл; температура инжектора – 270 °С; поток по колонке – 1,21 мл/мин; сброс – 20:1; режим получения данных: ТИС, 35...650 m/z; режим нагрева колонки 100 °С – 5 град/мин – 280 °С; удержание 20 мин.

К точной навеске технической суммы фуранокумаринов борщевика Сосновского массой 1,0517 г в виде тонкого порошка прибавили 250 мл дистиллированной воды и 100 мл 0,1М раствора NaOH. Смесь тщательно перемешали и в течение получаса нагревали под обратным холодильником на кипящей водяной бане. После этого к горячему раствору прибавили дополнительно 250 мл дистиллированной воды и 120 мл 0,1М раствора HCl. Полученный бежевый раствор с ярко выраженной опалесценцией был экстрагирован 5 порциями этилацетата по 30 мл. Этилацетатные вытяжки были объединены и промыты 2 раза водой, после чего сушились над безводным CaCl₂. Экстракт имел оливковый цвет. Далее из него был отогнан этилацетат до постоянного веса кубового остатка – 0,252 г. С целью дополнительно определить состав продуктов гидролиза растительной ткани (моно и дисахариды), навеска была подготовлена для проведения анализа. Было проведено силилирование избытком триметилхлорсилана в среде пиридина, после чего остаток размешивался в метил-третбутиловом эфире, система центрифугировалась и центрифугат подавался на анализ. Схема силилирования представлена на рис. 2.

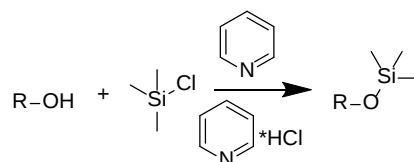


Рис. 2. Образование триметилсилиловых эфиров из субстратов, содержащих спиртовые группы

Проба центрифугата закалывалась в септу хромато-масс-спектрометра, после чего анализ проводился автоматикой. В ходе анализа была получена хроматограмма, из которой были выделены и идентифицированы наиболее интенсивные пики. Результаты анализа сведены в таблицу. Масс-спектры соединений сравнивали с данными масс-спектров соответствующих соединений банка данных NIST 11.

Результаты определения состава технической суммы фуранокумаринов борщевика методом ГЖХ-МС после силилирования

№ п/п	Время удерживания τ , мин	Соединение	Формула	Содержание компонента, % от суммы всех компонентов
1	6,75	Глицерин*		0,50
2	13,11	Рибоза или изомер*		0,66
3	14,66	Рамноза*		4,64
4	14,91	Арабиноза*		3,98
5	15,95	α -маннопираноза*		1,66
6	16,16	Левоглюкозан*		1,00
7	17,49	Ангелицин		3,32
8	17,51	Псорален		1,66

Окончание таблицы

№ п/п	Время удерживания τ , мин	Соединение	Формула	Содержание компонента, % от суммы всех компонентов
9	20,07	α -глюкопираноза*		2,99
10	20,60	β -маннопираноза*		0,50
11	21,94	β -глюкопираноза*		2,82
12	22,51	Ксантотоксин		10,95
13	22,94	Бергаптен		8,13
14	23,03	5-додецилдигидрофурanon		44,78
15	24,79	Линолевая и линоленовая кислоты		11,94
16	25,97	4,9-диметоксифуробензопиран-7-он		0,50

* – триметилсилиловые эфиры.

Из таблицы видно, что в образце присутствуют 5 различных фуранокумаринов. В наибольшей концентрации в исследуемой пробе присутствует ксантотоксин (соединение 3), в наименьшей 4,9-диметоксифуробензопиран-7-он (соединение 5). Отмечается большое разнообразие продуктов гидролиза растительных масел и тканей. Их присутствие создает основные трудности при очистке технической суммы фуранокумаринов.

Заключение

1. В ходе проектной деятельности разработана методика анализа химического состава образцов, содержащих фуранокумарины.

2. Изучен состав суммы фуранокумаринов, полученной из борщевика Сосновского, произраставшего на территории Санкт-Петербурга. Перспективой дальнейшего развития данного исследования автор видит в совершенствовании методов очистки суммы фуранокумаринов.

Список источников

1. Беспалов Д. С., Егоров Д. М. Получение суммы фуранокумаринов борщевика Сосновского // «Научное творчество молодежи – лесному комплексу России» : материалы XIX Всероссийской (национальной) научно-технической конференции студентов и аспирантов. Екатеринбург : УГЛТУ, 2023. С. 767–772.

2. Совершенствование процесса выделения суммы фуранокумаринов *Heracleum Sosnovskyi* // XV Международный научно-технический конгресс студенческого отделения общества инженеров нефтегазовой промышленности Society of Petroleum Engineers (SPE) «Западно-Сибирский нефтегазовый конгресс 2023» ; отв. ред. А. М. Тверяков. Тюмень : ТИУ, 2024. С. 124–125 с.