

Утверждаю:
Директор Института биологии
Коми НЦ УрО РАН

А.И. Таскаев

«___» _____ 2008 г.

М.П.

Утверждаю:
Заместитель председателя УрО РАН
член-корреспондент РАН

Э.С. Горкунов

«___» _____ 2008 г.

М.П.

Отчет

о работе ЦКП УрО РАН

сложным хроматографическим оборудованием «Хроматография» в 2007 году

Центр коллективного пользования сложным хроматографическим оборудованием «Хроматография» (ЦКП «Хроматография») создан на базе Института биологии Коми НЦ УрО РАН согласно постановления Президиума УрО РАН от 02.10.2001 № 8-6 (Приложение 2). Положение о ЦКП «Хроматография» утверждено заместителем председателя Совета по научному оборудованию УрО РАН Э.С. Горкуновым 16.04.2003 г. (письмо № 16205-9311/153 от 5.05.2003 г.).

Адрес: 167982, Республика Коми, ГСП-2, г. Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 28,

Институт биологии Коми НЦ УрО РАН

Тел.: (8212) 241168, 245012

Факс: (8212) 240163

E-mail: directorat@ib.komisc.ru, kondratenok@ib.komisc.ru

Организации-участники ЦКП «Хроматография»: Институт геологии Коми НЦ УрО РАН, Институт химии Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкарский государственный университет.

Оборудование ЦКП и его использование. Из небюджетных средств Институт биологии были приобретены расходные материалы, государственные стандартные образцы, реактивы для основного оборудования ЦКП «Хроматография». Оборудование ЦКП было использовано при проведении фундаментальных и прикладных исследований, проводимых его организациями-участниками, а также при организации учебного процесса (спецпрактикумы, курсовые и дипломные проекты) для студентов Сыктывкарского государственного университета.

Для Института геологии Коми НЦ УрО РАН проведен элементный С, N-анализ 61 образца; для Института химии Коми НЦ УрО РАН – С, N-анализ 67 образцов, хромато-масс-спектрометрическое исследование 200 образцов; для Института физиологии Коми НЦ УрО РАН хромато-масс-спектрометрическое исследование 5 образцов; для Сыктывкарского государственного университета – С, N-анализ 10 образцов; проведен спецпрактикум по

хроматографии для студентов V курса химико-биологического факультета специальности «Химия»; выполнены экспериментальные исследования и защищены 4 дипломные работы.

Приводим некоторые результаты исследований, которые были получены организациями-участниками с использованием оборудования ЦКП «Хроматография» в 2007 г.

Институт химии Коми НЦ УрО РАН. Методом хромато-масс-спектрометрии было исследовано и подтверждено строение 43 амидных и форбиновых производных хлорофила *a*. Выявлены и изучены особенности фрагментации при ионизации электронным ударом 13-амидов хлорина e_6 , изучен механизм аминометилирования природных хлоринов при помощи бис-(N,N- диметиламино)–метана.

Хлорофилл *a* и его производные служат основой для синтеза ряда противоопухолевых препаратов (фотосенсибилизаторов для фотодинамической терапии онкологических заболеваний). В настоящее время ведутся интенсивные исследования зависимости активности таких препаратов от их химического строения. В связи с этим разрабатываются методы химической модификации природных хлоринов и осуществляется синтез большого количества самых разнообразных соединений.

Методом хромато-масс-спектрометрии проведена идентификация соединений, полученных при окислении сульфидов и сульфоксидов диоксидом хлора, продуктов окислительной деструкции серо- и фосфорсодержащих пестицидов.

Проведен элементный анализ диоксанлигнинов и лигнинов Браунса для расчета C_9 -формулы молекулярного звена; сырого гибридного органо-неорганического волокна на основе оксида алюминия для установления состава волокна; образцов сульфатированных целлюлоз для определения содержания серы; терпенофенолов и аминотерпенофенолов для установления структуры.

Институт биологии Коми НЦ УрО РАН. Научное оборудование ЦКП «Хроматография» способствовало успешному выполнению фундаментальных исследований по Программе совместных исследований, выполняемых в УрО РАН совместно с учеными СО и ДВО РАН в 2006-2007 гг., тема « Закономерности изменчивости лекарственных растений при выращивании в различных климатических зонах».

Методами обращено-фазовой ВЭЖХ и хромато-масс спектрометрии исследован состав и содержание в зверобое продырявленном (*Hypericum perforatum L.*) нафтодиантроновых пигментов: гиперидина и псевдогиперидина. Установлено, что в процессе вегетации содержание нафтодиантроновых пигментов наиболее сильно изменяется в листьях ($0,023 \div 0,062 \%$), бутонах ($0,079 \div 0,099 \%$), в семенных коробочках ($0,013 \div 0,052 \%$). Максимум пула нафтодиантроновых пигментов наблюдается в фазе

бутонизации и массового цветения зверобоя с постепенным снижением в фазе плодоношения. Выявлено, что шесть из семи исследованных образцов растения, отличающихся географическим происхождением семян, по содержанию нафтодиантроновых пигментов соответствуют требованиям Европейской Фармакопеи (массовая доля указанных пигментов не ниже 0.05 %) и могут быть источниками высококачественного лекарственного сырья.

Методами капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) и хромато-масс-спектрометрии детально исследован состав эфирных масел тысячелистника обыкновенного (шесть образцов) и ромашки аптечной (три образца), выращенных в культуре, а также взятых из природных популяций на территории Республики Коми (тысячелистник). В эфирном масле ромашки аптечной достоверно идентифицировано 98 компонентов. Так, в эфирном масле ромашки аптечной сорта «Подмосковная» преобладают производные α -бисаболола (39.3 ÷ 51.7 %): α - бисаболол, бисабололоксиды А и В, бисаболоноксид. Среди указанных терпеноидов преобладает неокисленный α -бисаболол (20 ÷ 26 %), что свидетельствует о высоком качестве эфирного масла, выделенного из указанного сорта ромашки аптечной. Данный вывод подтверждается значительным содержанием в эфирном масле хамазулена (15.9 ÷ 19.2 %). В составе эфирных масел изученных образцов ромашки аптечной впервые наряду с хамазуленом обнаружено его гидроксильное производное: 1,1,4-диметил-7 (1-метилэтил)-азулен-2-ол.

Выявлен хемотип тысячелистника в природе Республики Коми, эфирное масло которого обогащено хамазуленом. Массовая доля эфирного масла в данном образце тысячелистника составляет 0.22 %. Суммарное содержание монотерпеноидов по данным хромато-масс-спектрометрии составляет 60.3 %. Обнаруженный в процессе биохимического скрининга хемотип растения представляет высокую ценность в качестве исходного материала для интродукционных исследований и выведения нового эфиромасличного сорта тысячелистника (*отдел ботанический сад: научные руководители к.б.н. К.С. Зайнуллина и д.б.н., проф. В.П. Мишуров*).

Разработана методика выделения алкановой фракции углеводов из образцов почв. Методом хромато-масс-спектрометрии проведена идентификация соединений алкановой фракций, выделенных из подзолистых и болотно-подзолистых почв фоновых и аэротехногенных ландшафтов. Идентифицирован гомологический ряд n -алканов $C_{21} \div C_{33}$. Исследования показали, что в составе органического вещества почв преобладают алканы C_{25} , C_{27} , C_{29} , C_{31} . Индекс CPI (carbon preference index – отношение "нечетных" алканов к "четным") превышает 1, что обусловлено трансформацией органического вещества высшей

растительности. Результаты исследований показали, что индексы СРІ могут служить маркерами глубины трансформации органических веществ почв и степени их загрязненности.

Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в градиентном режиме проведено изучение качественного и количественного состава полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в системе почва – растение. Установлено, что накопление ПАУ в почвах происходит за счет “легких” полиаренов техногенного происхождения. “Тяжелые” полиарены образуются, главным образом, в результате трансформации органического вещества в процессе педогенеза. Биоаккумуляция ПАУ в растениях обусловлена как их поглощением из почвы, так и в процессе внутриклеточного синтеза *Tradescantia* (clon 02). Выявлена зависимость накопления ПАУ в растениях от дозы внесенного в почву бенз[а]пирена (БП). С увеличением содержания БП повышается частота соматических мутаций и статистически достоверное увеличение морфологических аномалий у растений, что свидетельствует о его мутагенном и тератогенном действии на растения. Процессы образования «экстра» ПАУ являются составной частью общего цикла полиаренов в системе «почва – растение» и выступают в качестве одного из основных регуляторов их внутрипочвенных превращений. Количества «экстра» ПАУ имеет важное практическое значение при определении экологической безопасности и корректировке возможного загрязнения почв и растений полиаренами. Определена токсико-канцерогенная активность ПАУ в почвах и растениях (ТΣПАУ). Выявлено, что существенная доля в токсико-канцерогенной активности ПАУ принадлежит бенз[а]пирену. Следовательно, БП является маркером техногенного воздействия на почвы и растения.

Работы были выполнены по госбюджетной теме «Генезис, функции почв в организации и устойчивости экосистем Европейского северо-востока России» (номер регистрации Гр 01.2.00.107250), программе тематических отделений РАН «Фундаментальные основы управления биологическими ресурсами» (*отдел почвоведения: зав. лаб. химии почв, д.с.-х.н. В.А. Безносовых, к.б.н. Д.Н. Габов, асп. Е.В. Яковлева; лаборатория «Экоаналит»: зав. лаб., к.х.н. Б.М. Кондратенко, к.х.н. И.В. Груздев*).

Методом хромато-масс-спектрометрии триметилсилильных производных моно- и дисахаридов исследован состав и содержание сахаров в корнях ели сибирской, а также в ягодах пятнадцати различных видов и сортообразцов жимолости (*Отдел лесобиологических проблем Севера: зав. отделом, д.б.н. С.В. Загирова; отдел ботанический сад: к.х.н. В.В. Пунегов*).

Полученные с использованием оборудования ЦКП «Хроматография» данные существенно расширяют представления о физиолого-биохимических механизмах

устойчивости и продуктивности растений в условиях холодного климата. Результаты анализов вошли в монографию Т.К. Головки с соавторами «Толстянковые в холодном климате» (СПб: Наука. 2007), были отражены в статьях, опубликованных в журнале «Физиология и биохимия культурных растений», а также в материалах конференций (*лаборатория экологической физиологии растений: научный руководитель д.б.н., проф. Т.К. Головки*).

Использование целевых средств. По программе ЦКП УрО РАН в 2007 году целевые средства для ЦКП «Хроматография» не выделялись.

Руководитель ЦКП «Хроматография»

Б.М. Кондратенко

Тел.: (8212) 24-50-12

E-mail: kondratenok@ib.komisc.ru