

РАЗРАБОТКА ПОДХОДОВ К СТАНДАРТИЗАЦИИ КОРЫ СИРЕНИ ОБЫКНОВЕННОЙ

В.А. Куркин

д.фарм.н., зав. кафедрой фармакогнозии с ботаникой и основами фитотерапии,
ФГБОУ ВО «Самарский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения РФ (г. Самара, Россия)
E-mail: v.a.kurkin@samsmu.ru

Т.К. Рязанова

доцент, кафедра управления и экономики фармации,
ФГБОУ ВО «Самарский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения РФ (г. Самара, Россия)

А.Д. Серебрякова

аспирант, кафедра фармакогнозии с ботаникой и основами фитотерапии,
ФГБОУ ВО «Самарский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения РФ (г. Самара, Россия)

Актуальность проведения химико-фармацевтических исследований коры сирени обыкновенной обусловлена тем, что, несмотря на биологическую активность и использование в качестве источника получения государственного стандартного образца сирингина, это лекарственное растительное сырье не включено в Государственную фармакопею Российской Федерации XIV издания.

Цель исследования. Разработка методов качественного и количественного анализа биологически активных соединений коры сирени обыкновенной.

Материал и методы. Объектами исследования являлись образцы сирени обыкновенной, заготовленные в 2018-2020 гг. в Самарской и Саратовской областях, стандартный образец сирингина с чистотой не менее 98 % и экспериментальный препарат «Сирени коры настойка». В исследовании использовали методы тонкослойной хроматографии (ТСХ) (система растворителей хлороформ-этанол-вода (26:16:3)) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) (подвижная фаза – ацетонитрил : 1%-ный раствор уксусной кислоты в воде в соотношении 15:85). Расчет содержания сирингина проводили методом внешнего стандарта.

Результаты. Методом ТСХ подтверждено наличие сирингина в исследуемых образцах. Разработана методика количественного определения сирингина в коре сирени обыкновенной методом микроколоночной ВЭЖХ. Ошибка единичного определения содержания сирингина с достоверной вероятностью 95% составила $\pm 3,20\%$. Определено, что оптимальными параметрами для экстракции сирингина являются: однократное извлечение 70%-ным этиловым спиртом на кипящей водяной бане в течение 60 мин в соотношении «сырье-экстрагент» 1:30. Содержание сирингина в образцах коры варьировало от 2,55 до 5,38%. Предлагаемая методика была применена для определения содержания сирингина в экспериментальных препаратах из коры сирени обыкновенной. Ошибка единичного определения содержания сирингина в настойке сирени обыкновенной с достоверной вероятностью 95% составила $\pm 4,44\%$.

Выводы. Показана возможность использования ТСХ для оценки подлинности коры сирени обыкновенной. Результаты проведенных исследований продемонстрировали удовлетворительные метрологические характеристики предлагаемой ВЭЖХ-методики определения количественного содержания сирингина.

Ключевые слова: сирень обыкновенная, *Syringa vulgaris* L., кора, сирингин, микроколоночная высокоэффективная жидкостная хроматография.

Для цитирования: Куркин В.А., Рязанова Т.К., Серебрякова А.Д. Разработка подходов к стандартизации коры сирени обыкновенной. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии. 2021;24(7):37-44. <https://doi.org/10.29296/25877313-2021-07-06>

Сирень обыкновенная (*Syringa vulgaris* L., сем. Маслинные – Oleaceae) – листопадный кустарник, культивируется как декоративное растение, но известен своими лечебными свойствами [1–5]. При фитохимическом изучении учеными СамГМУ и ВИЛАР выявлено, что доминирующим биологическим активным соединением коры сирени является циннамилгликозид сирингин [2, 4–6]. Кроме сирингина, в коре сирени содержатся

другие биологически активные соединения, в том числе секоиридоиды, с которыми связывают противовоспалительную активность извлечений из надземных органов сирени обыкновенной [7].

Сирингин обуславливает адаптогенные и иммуномодулирующие свойства препаратов элеутерококка колючего (*Eleutherococcus senticosus* Maxim., сем. Аралиевые – Araliaceae) [4]. Однако содержание сирингина в коре сирени превышает его

содержание в корневищах элеутерококка. В связи с этим кора сирени обыкновенной предложена в качестве источника получения государственного стандартного образца сирингина (ВФС 42-2088-92 «Сирингин-стандартный образец») [4]. Для определения содержания сирингина в коре сирени используются спектрофотометрические, хроматоспектрофотометрические методы, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии [2, 4, 5].

Несмотря на биологическую активность и значимость в качестве сырья для получения государственного стандартного образца сирингина, кора сирени обыкновенной не включена в Государственную фармакопею Российской Федерации XIV издания [8]. Оценка качества сырья сирени обыкновенной осуществляется в соответствии с временной фармакопейной статьей 42-2106-92 «Кора сирени обыкновенной», в которой предусмотрено хроматоспектрофотометрическое определение сирингина.

В данной статье рассматриваются вопросы качественного и количественного анализа коры сирени обыкновенной с целью последующего включения в нормативную документацию и введения сырья сирени в Государственную фармакопею Российской Федерации.

Задачи исследования:

разработка методики количественного определения сирингина в коре сирени обыкновенной методом микроколоночной жидкостной хроматографии;

адаптация этой методики для анализа возможных лекарственных препаратов из коры сирени обыкновенной.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ

В качестве объектов исследования использовали образцы сирени обыкновенной, заготовленные в 2018–2020 гг. в ботаническом саду Самарского университета, в Самарской (с. Верхний Сускан, с. Ермаково) и Саратовской (с. Натальино) областях, выделенный коллективом кафедры фармакогнозии с ботаникой и основами фитотерапии СамГМУ стандартный образец сирингина с чистотой не менее 98% (соответствующий требованиям ВФС 42-2088-92 «Сирингин-стандартный образец»), а также экспериментальный препарат «Сирени коры настойка» (экстрагент – 40 % этанол), полученный методом модифицированной мацерации.

Тонкослойную хроматографию (ТСХ) осуществляли с использованием хроматографических

пластинок «Сорбфил ПТСХ-АФ-А-УФ», микропипеткой наносили 0,015 мл водно-спиртового извлечения коры сирени и 0,015 мл раствора стандартного образца сирингина. Определение проводили в системе хлороформ – этанол – вода (26:16:3). Хроматографическую пластинку помещали в камеру, которую предварительно насыщали в течение 24 ч смесью растворителей, и хроматографировали восходящим способом. Полученную хроматограмму просматривали при дневном свете, в УФ-свете при $\lambda = 254$ нм и $\lambda = 366$ нм.

Проведенный ранее анализ извлечения из листьев сирени обыкновенной с использованием УФ-спектрофотометрии показал, что максимум поглощения в УФ-спектре составляет 266 нм (рис. 1), что совпадает с максимумом поглощения раствора стандартного образца сирингина. Такая длина волны была выбрана для детекции при проведении ВЭЖХ-анализа. Регистрацию спектров проводили с помощью спектрофотометра «Specord 40» (Analytik Jena).

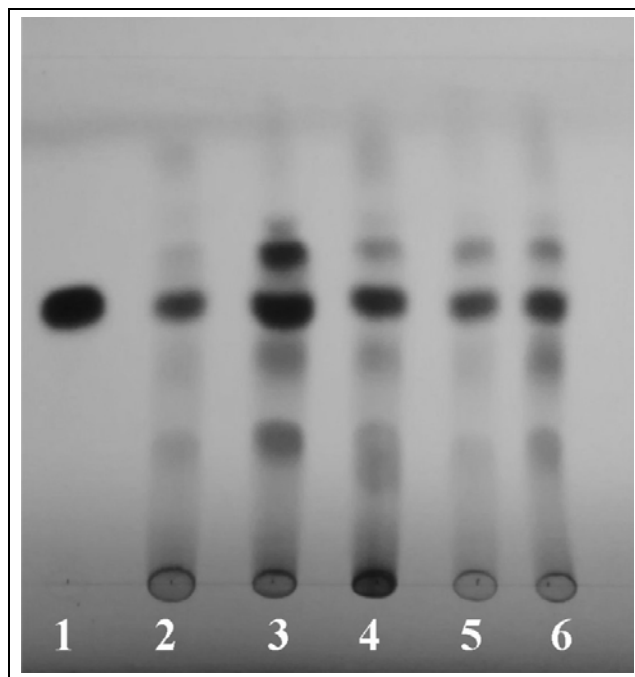


Рис. 1. ТСХ-хроматограмма сирингина, водно-спиртовых извлечений из коры сирени обыкновенной и экспериментального препарата «Сирени коры настойка»: 1 – сирингин; 2 – экспериментальный препарат «Сирени коры настойка»; 3 – водно-спиртовое извлечение из коры сирени (с. Натальино, Саратовская область, май 2018 г.); 4 – водно-спиртовое извлечение из коры сирени (с. Верхний Сускан, Самарская область, май 2020 г.); 5 – водно-спиртовое извлечение из коры сирени (с. Ермаково, Самарская область, май 2020 г.); 6 – водно-спиртовое извлечение из коры сирени (Ботанический сад Самарского университета, май 2020 г.)

ВЭЖХ-анализ осуществляли с использованием хроматографа «Милихром-6» (НПАО «Научприбор») в следующих условиях обращенно-фазовой хроматографии в изократическом режиме: стальная колонка КАХ-6-80-4 (№ 2; 2×80 мм; Сепарон-С18 5 мкм), подвижная фаза – ацетонитрил : 1%-ный раствор уксусной кислоты в воде в соотношении 15:85, скорость элюирования 100 мкл/мин, объем элюента 1500 мкл, объем вводимой пробы 1 мкл.

Расчет содержания синингина проводили методом внешнего стандарта. Пригодность хроматографической системы оценивали в соответствии с ОФС.1.2.1.2.0001.15 «Хроматография».

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Методом ТСХ в присутствии раствора стандартного образца синингина подтверждено его наличие в исследуемых образцах (кора изучаемых образцов сирени и настойка из коры сирени) (рис. 1). При просмотре в УФ-свете при длине волны 254 нм на уровне пятна стандартного образца синингина в извлечении и настойке обнаруживается пятно фиолетового цвета с R_f около 0,5.

Определено, что в условиях ВЭЖХ-анализа время удерживания пика синингина на хроматограммах стандартного образца синингина и водно-спиртового извлечения из коры сирени обыкновенной составило $4,046 \pm 0,070$ мин и $4,092 \pm 0,082$ мин соответственно (рис. 2 и 3).

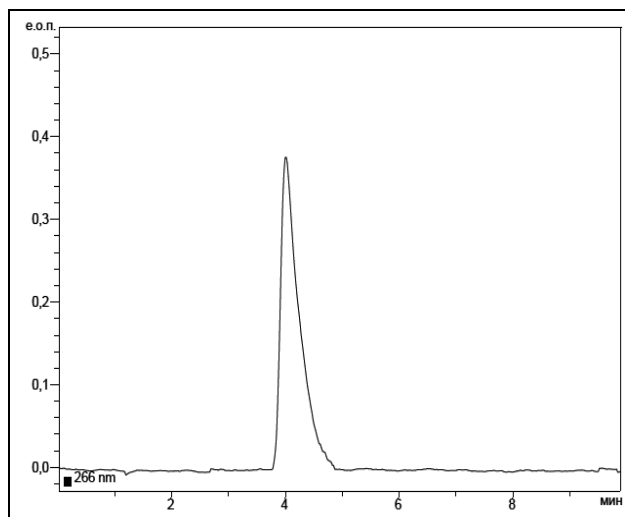


Рис. 2. ВЭЖХ-хроматограмма раствора стандартного образца синингина

При добавлении раствора синингина в извлечение на хроматограмме обнаруживается увеличение интенсивности пика синингина по сравнению с интенсивностью соответствующего пика в исходном испытуемом растворе (рис. 2).

С целью проверки пригодности хроматографической системы проводили 5-кратное хроматографирование 1 мкл раствора. В дальнейшем рассчитывали следующие показатели: эффективность колонки, разрешение между пиками, фактор асимметрии. Результаты расчетов представлены в табл. 1.

Полученные данные при хроматографировании позволяют оценить пригодность данной хроматографической системы, а также сделать заключение о том, что данная система может быть использована для количественного определения синингина в коре сирени обыкновенной.

Было изучено влияние различных параметров на процесс экстракции. В табл. 2 представлена зависимость выхода синингина из образцов коры сирени обыкновенной от концентрации экстрагента, времени термической экстракции и соотношения «сырье-экстрагент».

Таким образом, было определено, что оптимальными параметрами экстракции являются: однократное извлечение 70%-ным этиловым спиртом на кипящей водяной бане в течение 60 мин в соотношении «сырье-экстрагент» 1:30 (табл. 2).

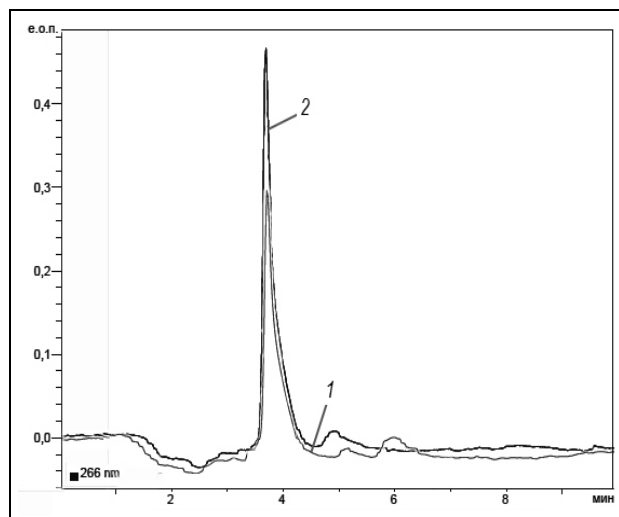


Рис. 3. ВЭЖХ-хроматограмма исходного водно-спиртового извлечения из коры сирени обыкновенной (1) и после добавления раствора стандартного образца синингина (2)

Таблица 1. Определение пригодности хроматографической колонки

Параметр хроматографической колонки	Формула расчета	Значение	Нормативный показатель
Эффективность колонки	$N = \frac{5,54RT^2}{W_{0,5}^2},$ <p>где RT – время удерживания пика; $W_{0,5}$ – ширина пика на 0,5 высоты</p>	5028	Не менее 5000 теоретических тарелок
Разрешение между пиками	$R_s = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_2 + W_1},$ <p>где t_{R2} и t_{R1} – времена удерживания, W_1 и W_2 – ширина пиков образцов при основании</p>	1,7	Не менее 1,5
Фактор асимметрии	$T = \frac{W_{0,05}}{2a},$ <p>где $W_{0,05}$ – ширина пика на высоте 5%; a – расстояние от фронта пика до высоты, измеренное на высоте 5% от основания</p>	1,45	Не более 1,5
Прецизионность системы в условиях повторяемости	$RSD = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$	1,5%	Не более 2%

Таблица 2. Зависимость полноты извлечения сирингина из коры сирени обыкновенной от изучаемых параметров

№ п/п	Параметр экстракции	Соотношение сырье : экстрагент	Время экстракции, мин	Содержание сирингина, %
<i>Экстрагент</i>				
1	40%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	4,86±0,20
2	60%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	4,94±0,15
3	70%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	5,37±0,17
4	80%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	2,63±0,15
5	95%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	2,55±0,11
<i>Время экстракции</i>				
6	70%-ный этиловый спирт	1:30	30 мин	5,10±0,15
7	70%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	5,36±0,17
8	70%-ный этиловый спирт	1:30	90 мин	5,41±0,13
<i>Соотношение «сырье : экстрагент»</i>				
9	70%-ный этиловый спирт	1:30	60 мин	5,38±0,16
10	70%-ный этиловый спирт	1:50	60 мин	5,42±0,19
11	70%-ный этиловый спирт	1:100	60 мин	5,42±0,18

Методика количественного определения синрингина в коре сирени обыкновенной. Аналитическую пробу сырья измельчают до размера частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями диаметром 1 мм. Около 1 г измельченного сырья (точная навеска) помещают в колбу со шлифом вместимостью 100 мл, прибавляют 30 мл 70%-ного этилового спирта. Колбу закрывают пробкой и взвешивают на тарирных весах с точностью до $\pm 0,01$ г. Колбу присоединяют к обратному холодильнику и нагревают на кипящей водяной бане (умеренное кипение) в течение 60 мин. Затем колбу охлаждают в течение 30 мин, закрывают той же пробкой, снова взвешивают и восполняют недостающий экстрагент до первоначальной массы.

Извлечение пропускают через бумажный фильтр (раствор А). Далее 5 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят водой очищенной до метки (раствор В).

Раствор В (1 мкл) вводят в жидкостной хроматограф «Милихром-6» с УФ-детектором. Хроматографируют в условиях обращенно-фазовой хроматографии в изократическом режиме: стальная колонка КАХ-6-80-4 (№ 2; 2×80 мм; Сепарон-С18 5 мкм), подвижная фаза – ацетонитрил : 1%-ный раствор уксусной кислоты в воде в соотношении 15:85, скорость элюирования 100 мкл/мин, объем элюента 1500 мкл.

Затем выполняют УФ-детектирование при длине волны 266 нм, диапазон чувствительности 0,5. Проводят не менее трех параллельных определений.

Параллельно 1 мкл раствора стандартного образца синрингина вводят в хроматограф и хроматографируют, как описано выше. Проводят определение высоты пика синрингина и рассчитывают среднюю высоту пика по результатам трех параллельных определений.

Содержание синрингина в коре сирени обыкновенной в пересчете на абсолютно сухое сырье в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot m_0 \cdot V \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 0,95}{H_0 \cdot m \cdot V_0 \cdot V_1 \cdot (100 - W)},$$

где H – среднее значение высоты пика синрингина, вычисленное из хроматограмм раствора испытуемого образца; H_0 – среднее значение высоты пика

синрингина, вычисленное из хроматограмм раствора стандартного образца синрингина; V – объем извлечения, мл; V_1 – объем вводимой пробы раствора испытуемого образца, мкл; V_0 – объем раствора стандартного образца синрингина, мл; V_2 – объем вводимой пробы раствора стандартного образца синрингина, мкл; m – масса сырья, г; m_0 – масса стандартного образца, г; W – потеря в массе при высушивании сырья, %; 0,95 – коэффициент пересчета синрингина на безводное вещество.

Примечание. Приготовление раствора стандартного образца синрингина. Около 0,025 г (точная навеска) государственного стандартного образца синрингина (содержание основного вещества $\geq 98\%$) помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в небольшом количестве 95%-ного этилового спирта при нагревании на водяной бане, доводят 95%-ным этиловым спиртом до метки, перемешивают.

Валидационную оценку разработанной методики проводили по показателям: специфичность, линейность, правильность и прецизионность. Специфичность методики определяли по соответствию времен удерживания стандартного образца синрингина и пика, соответствующего синрингину, на ВЭЖХ-хроматограмме исследуемых образцов, а также по разрешению между пиками и фактору асимметрии пика синрингина. Показано, что растворитель и подвижная фаза не искажают результаты анализа.

Определение линейности осуществляли на пяти уровнях концентраций растворов синрингина (с концентрациями в диапазоне от 0,3424 до 0,5136 мг/мл). Коэффициент корреляции составил 0,99971. Этот диапазон можно рассматривать как аналитическую область методики.

Исследование внутренней прецизионности методики указывает на сходимость полученных концентраций анализируемого вещества: ошибка единичного определения содержания синрингина в коре сирени обыкновенной с доверительной вероятностью 95% составляла $\pm 3,20\%$ (табл. 3). При оценке внутрилабораторной прецизионности также показаны удовлетворительные результаты, так как относительная погрешность определения синрингина в первый и второй дни анализа находилась в диапазоне от 0,82 до 1,20%.

Таблица 3. Метрологические характеристики методики количественного определения сирингина в коре сирени обыкновенной

f	$X_{\text{ср}}$	S	$P, \%$	$t(P,f)$	ΔX	$E, \%$
10	5,37	0,24291	95	2,23	$\pm 0,17$	$\pm 3,20$

Таблица 4. Оценка правильности ВЭЖХ-методики определения сирингина

Исходное содержание сирингина, мг/г	Добавлено сирингина, мг/г	Содержание сирингина, мг/г		Ошибка	
		расчетное	найденное	абсолютная, мг	относительная, %
55,70	44,56	100,26	97,75	-2,51	-2,5
55,70	55,70	111,40	113,40	2,00	1,8
55,70	66,84	122,54	118,86	-3,68	-3,0

Таблица 5. Содержание сирингина в образцах коры сирени обыкновенной

№ п/п	Место и время сбора сырья	Содержание сирингина, %
1	Ботанический сад Самарского университета, заготовлено в мае 2020 г.	2,55 \pm 0,11
2	Самарская область, с. Ермаково, заготовлено в мае 2020 г.	2,98 \pm 0,09
3	Самарская область, с. Верхний Сускан, заготовлено в мае 2020 г.	4,12 \pm 0,21
4	Саратовская область, с. Натальино, заготовлено в мае 2018 г.	5,38 \pm 0,16

Таблица 5. Метрологические характеристики методики количественного определения сирингина в настойке коры сирени обыкновенной

f	$X_{\text{ср}}$	S	$P, \%$	$t(P,f)$	ΔX	$E, \%$
10	0,45	0,031966	95	2,23	$\pm 0,02$	$\pm 4,44$

Данная методика была применена для определения содержания сирингина в образцах экспериментального препарата «Сирени настойка». Ранее в течение блока исследований нейротропной и иммуностропной активности на крысах выявлено, что настойка из коры сирени обыкновенной и доминирующее биологически активное соединение настойки – сирингин – обладают тонизирующими, актопротекторными, анксиолитическими, антидепрессивными свойствами, влияют на обучение и краткосрочное запоминание [2]. Перспективность создания препаратов из коры сирени обыкновен-

ной подчеркивает тот факт, что сирингин вносит вклад в активность лекарственных препаратов элеутерококка колючего, уже разрешенных к применению в традиционной медицине.

Пробоподготовка заключалась в разведении 2 мл настойки в мерной колбе вместимостью 25 мл 40%-ным этиловым спиртом до метки. Затем 1 мкл полученного раствора инжесктировали в хроматограф и анализировали в тех же условиях, что и водно-спиртовые извлечения из коры сирени. ВЭЖХ-хроматограмма настойки из коры сирени представлена на рис. 4.

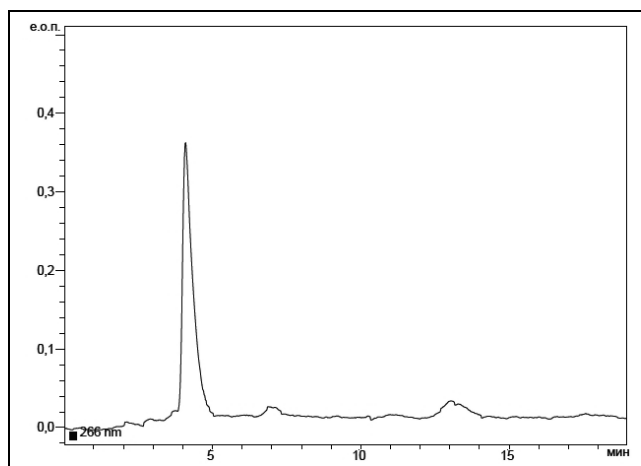


Рис. 4. ВЭЖХ-хроматограмма экспериментального препарата «Сирени коры настойка» (экстрагент 40%-ный этанол, соотношение «сырье : экстрагент» 1:5)

Содержание сирингина в образцах настойки составило $0,45 \pm 0,02\%$. Метрологические характеристики методики показывают, что ошибка единичного определения содержания сирингина в настойке сирени обыкновенной с доверительной вероятностью 95% составляет $\pm 4,44\%$ (табл. 5).

Таким образом, результаты проведенных исследований показали удовлетворительные метрологические характеристики предлагаемой для стандартизации сырья и возможных препаратов сирени обыкновенной ВЭЖХ-методики определения количественного содержания сирингина.

ВЫВОДЫ

Обоснована методика количественного определения сирингина коре сирени обыкновенной методом микроколоночной ВЭЖХ с детекцией в УФ-свете при длине волны 266 нм. При этом

ошибка единичного определения с доверительной вероятностью 95% составляет 3,20%.

Содержание сирингина в исследованных образцах коры сирени обыкновенной варьировало от 2,55 до 5,38%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Спиридович Е.В., Шабуня П.С., Фатыхова С.А. и др. Анализ вторичных метаболитов в коре видов рода сирень (*Syringa* L.), интродуцированных в Центральном ботаническом саду НАН Беларуси. Вестник фармации. 2018; 82(4): 28–37.
2. Климова И.Ю. Аналитические и технические исследования по разработке новых препаратов на основе коры сирени обыкновенной: Дисс. ... канд. фармацевт. наук. Самара, 2005; 159 с.
3. Куркин В.А., Запесочная Г.Г., Гриненко Н.А. Иридоиды коры *Syringa vulgaris*. Химия природных соединений. 1990; (5):695–697.
4. Серебрякова А.Д., Куркин В.А. Разработка подходов к стандартизации листьев сирени обыкновенной. Аспирантский вестник Поволжья. 2020; (1–2):158–163.
5. Куркин В.А., Запесочная Г.Г., Гриненко Н.А. и др. Фенольные соединения коры *Syringa vulgaris*. Химия природных соединений. 1989; (4):581–582.
6. Varga E., Barabás C., Tóth A., Boldizsár I., Noszál B., Tóth G. Phenolic composition, antioxidant and antinociceptive activities of *Syringa vulgaris* L. bark and leaf extracts. Nat. Prod. Res. 2019; 33(11):1664–1669. doi: 10.1080/14786419.2018.1425855.
7. Woźniak M., Michalak B., Wyszomierska J., Dudek M.K. and Kiss A.K. Effects of Phytochemically Characterized Extracts From *Syringa vulgaris* and Isolated Secoiridooids on Mediators of Inflammation in a Human Neutrophil Model. Front. Pharmacol. 2018; 9:349. doi: 10.3389/fphar.2018.00349.
8. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV изд. Министерство здравоохранения Российской Федерации, 2018. URL: <http://www.femb.ru/femb/pharmacopea.php>.

Поступила после доработки 3 марта 2021 г.

DEVELOPMENT OF APPROACHES TO STANDARDIZATION OF BARK OF *Syringa vulgaris* L.

© Authors, 2021

V.A. Kurkin

Dr.Sc. (Pharm.), Professor, Head of the Department of Pharmacognosy with Botany and the Basics of Phytotherapy, Samara State Medical University (Samara, Russia)
E-mail: v.a.kurkin@samsmu.ru

T.K. Ryazanova

Associate Professor, Department of Management and Economics in Pharmacy, Samara State Medical University (Samara, Russia)

A.D. Serebryakova

Post-graduate Student, Department of Pharmacognosy with Botany and the Basics of Phytotherapy, Samara State Medical University (Samara, Russia)

Relevance. The relevance of carrying out chemical and pharmaceutical studies of the *Syringa vulgaris* L. bark is due to the fact that, despite the biological activity and the use as a source of the state reference standard of syringin, this plant material is not included in the State Pharmacopoeia of the Russian Federation of the XIV edition.

Purpose of the study. Development of methods for the qualitative and quantitative analysis of biologically active compounds in *Syringa vulgaris* L. bark.

Material and methods. The objects of the study were samples of *Syringa vulgaris* L. bark, harvested in 2018-2020 in the Samara and Saratov regions, reference standard of syringin with a purity of at least 98%, as well as an experimental preparation "*Syringa vulgaris* L. tincture". In the study there were used the methods of thin layer chromatography (TLC) (solvent system chloroform-ethanol-water (26:16:3)) and high performance liquid chromatography (HPLC) (mobile phase - acetonitrile: 1% solution of acetic acid in water in the ratio 15:85). The syringin content was calculated using the external standard method.

Results. The presence of syringin in the studied samples was confirmed by TLC. A method has been developed for the quantitative determination of syringin in the bark of *Syringa vulgaris* L. by microcolumn HPLC. The error of a single determination of the syringin content with a confidence level of 95% was $\pm 3.20\%$. It was determined that the optimal parameters for the extraction of syringin are: a single extraction with 70% ethyl alcohol on a boiling water bath for 60 minutes in the ratio "raw material-extractant" - 1:30. The content of syringin in the studied bark samples varied from 2.55% to 5.38%. The proposed method was applied to determine the content of syringin in experimental preparations from the bark of *Syringa vulgaris* L. The error of a single determination of the syringin content in the *Syringa vulgaris* L. tincture with a confidence level of 95% was $\pm 4.44\%$.

Conclusion. The possibility of using thin layer chromatography for identification of the bark of *Syringa vulgaris* L. is shown. Results of the conducted studies have shown satisfactory metrological characteristics of the HPLC method for determining the quantitative content of syringin.

Key words: *Syringa vulgaris* L., bark, syringin, microcolumn high-performance liquid chromatography.

For citation: Kurkin V.A., Ryazanova T.K., Serebryakova A.D. Development of approaches to standardization of bark of *Syringa vulgaris* L. Problems of biological, medical and pharmaceutical chemistry. 2021;24(7):37-44. <https://doi.org/10.29296/25877313-2021-07-06>

REFERENCES

1. Spiridovich E.V., Shabunya P.S., Fatykhava S.A. et al. Analysis of secondary metabolites in the bark of lilac species (*Syringa* L.) introduced in the Central botanical garden of the NAS of Belarus. *Vestnik farmatsii*. 2018; 82(4): 28-37. (In Russ.)
2. Klimova I.Yu. *Analiticheskiye i tekhnicheskkiye issledovaniya po razrabotke novykh preparatov na osnove kory sireni obyknovennoy*. Samara; 2005. 159 s. (In Russ.)
3. Kurkin V.A., Zapesochnaya G.G., Grinenko N.A. Iridoids of the bark of *Syringa vulgaris*. *Chemistry of Natural Compounds*. 1990; (5):695-697. (In Russ.)
4. Serebryakova A.D., Kurkin V.A. The development of approaches to the standardization of the *Syringa vulgaris* leaves. *Aspirantskiy vestnik Povolzh'ja*. 2020; (1-2): 158-163. (In Russ.)
5. Kurkin V.A., Zapesochnaya G.G., Grinenko N.A. et al. Phenolic compounds of the bark of *Syringa vulgaris*. *Chemistry of Natural Compounds*. 1989; (4):581-582. (In Russ.)
6. Varga E., Barabás C., Tóth A., Boldizsár I., Noszál B., Tóth G. Phenolic composition, antioxidant and antinociceptive activities of *Syringa vulgaris* L. bark and leaf extracts // *Nat Prod Res*. 2019; 33(11):1664-1669. doi: 10.1080/14786419.2018.1425855.
7. Woźniak M., Michalak B., Wyszomierska J., Dudek M.K., Kiss A.K. Effects of Phytochemically Characterized Extracts From *Syringa vulgaris* and Isolated Secoiridoids on Mediators of Inflammation in a Human Neutrophil Model. *Front. Pharmacol*. 2018; 9:349. doi: 10.3389/fphar.2018.00349.
8. The State Pharmacopoeia of the Russian Federation. XIV edition. Ministry of Health of the Russian Federation. Moscow; 2018. URL: <http://www.femb.ru/femb/pharmacopoea.php>.