



Аналитические возможности жидкостного хроматографа МаэстроВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения тадалафила в некоторых биологически активных добавках к пище в соответствии с МУК 4.1.3331-16 «Методика измерения массовой доли синтетических ингибиторов фосфодиэстеразы-5 (тадалафила, варденафила и силденафила) в биологически активных добавках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым и масс-спектрометрическим детектированием»

*Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва*

#### Ключевые слова

Жидкостная хроматография, тадалафил, БАД, детектор на диодной матрице

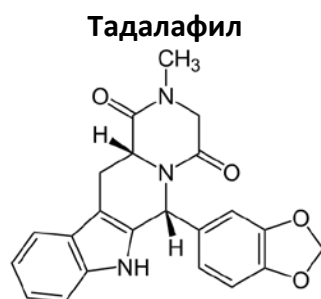
#### Резюме

Показаны аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения тадалафила. Рассчитаны СКО по высотам и площадям определяемого компонента. Определено содержание тадалафила в некоторых биологически активных добавках к пище (БАД).

## Введение

Тадалафил, варденафил, силденафил – лекарственные средства, предназначенные для лечения эректильной дисфункции и являющиеся селективными ингибиторами специфической фосфодиэстеразы типа 5 (ФДЭ5) циклического гуанозин монофосфата (цГМФ). Они входят в состав медицинских препаратов, применяемых по назначению врача.

В тоже время на рынке широко представлены биологически активные добавки к пище (БАД), чаще на основе травяных сборов, обещающие помочь в лечении эректильной дисфункции. В настоящее время существует проблема фальсификации, связанная с возможным недекларированным присутствием тадалафила, силденафила и варденафила в некоторых биологических активных добавках к пище. В соответствии с законом «О лекарственных средствах» в этих БАДах не должно быть указанных лекарственных средств.



## Экспериментальная часть

*Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:*

Тадалафил (стандарт, не менее 99%);

Ацетонитрил для ВЭЖХ;

*Инструменты:*

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Колонка Leapsil C18 2.7 мкм 100 x4.6 мм

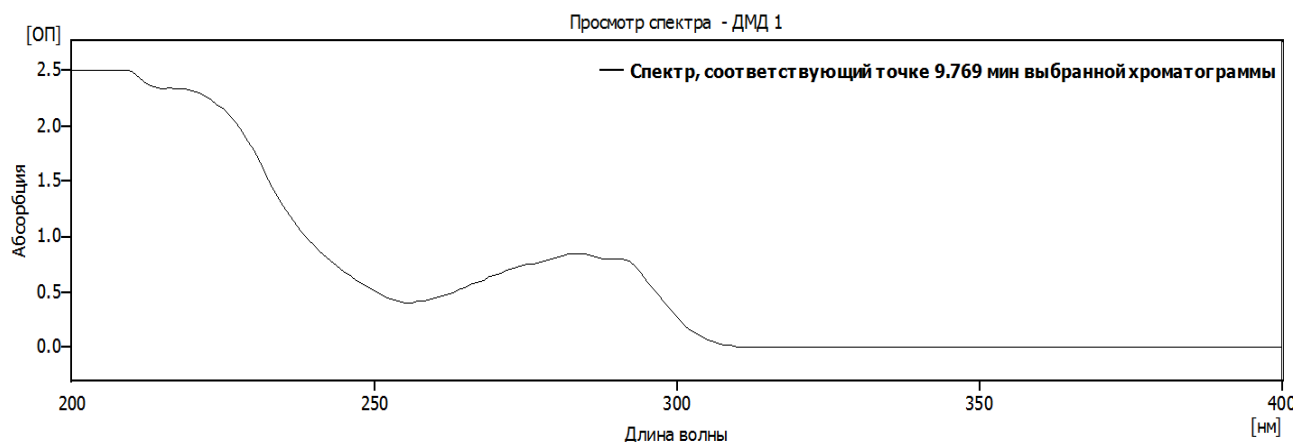
Подвижная фаза бидистиллированная вода: ацетонитрил (50:50)

Скорость потока 0.5 мл/мин

Длина волны 284 нм

## Результаты и обсуждения

Был снят спектр тадалафила для выбора оптимальной длины волны



Для определения указанных лекарственных средств в БАДах выбрана длина волны 284 нм

### Хроматограмма стандарта тадалафила

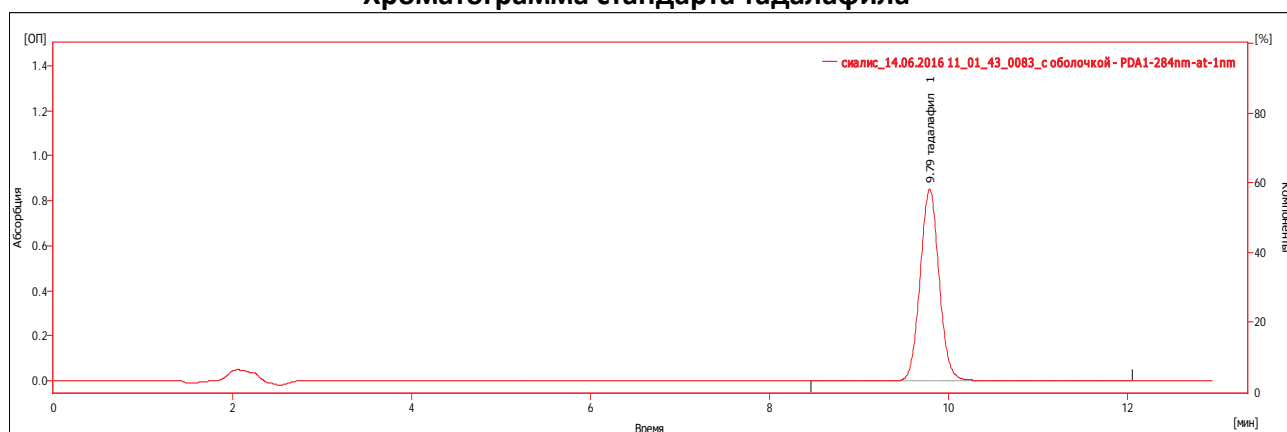


Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – Тадалафил)

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]
Среднее значение	9.791	12483.139	844.695
СКО %	0.28	0.39	1
1	9.787	12530.781	849.22
2	9.82	12433.656	834.996
3	9.767	12484.979	849.87

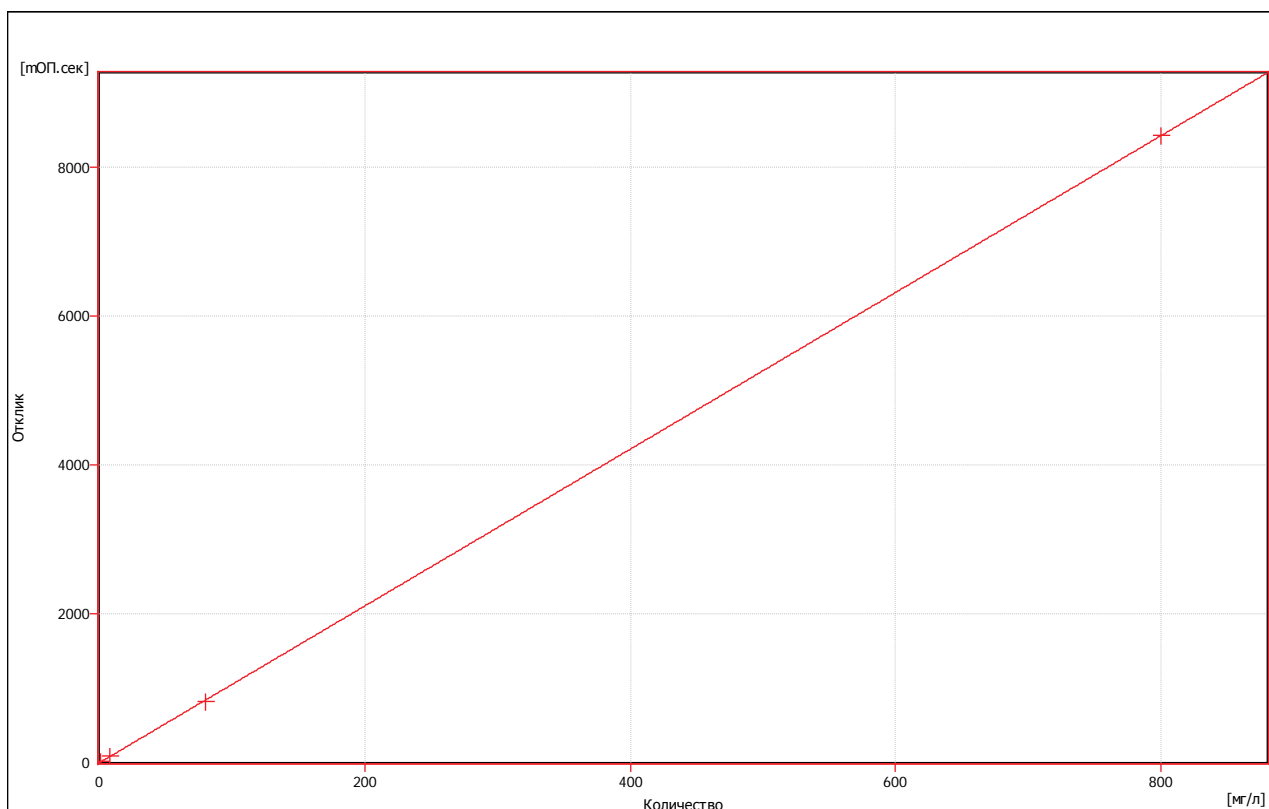
Для определения тадалафила в БАДах построен градуировочный график

Уравнение градуировочного графика  $Y = 10.54023 \cdot X - 3.6448$

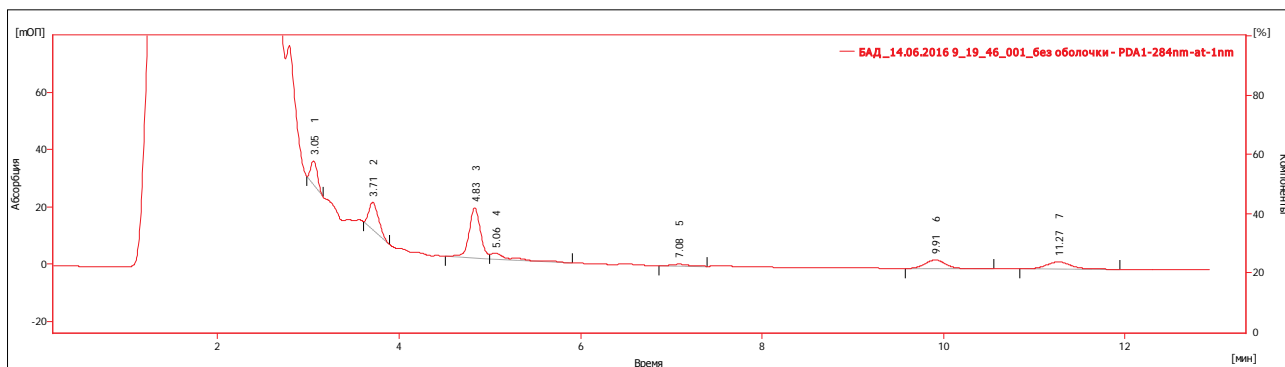
Коэфф. корреляции 0.9999985

Расчетный предел детектирования (ПД) по тадалафилу составил  $3 \cdot 10^{-9}$  г/мл

Отклик	Количество, мг/л
10.0433	0.8
84.706	8
829.3074	80
8429.5169	800

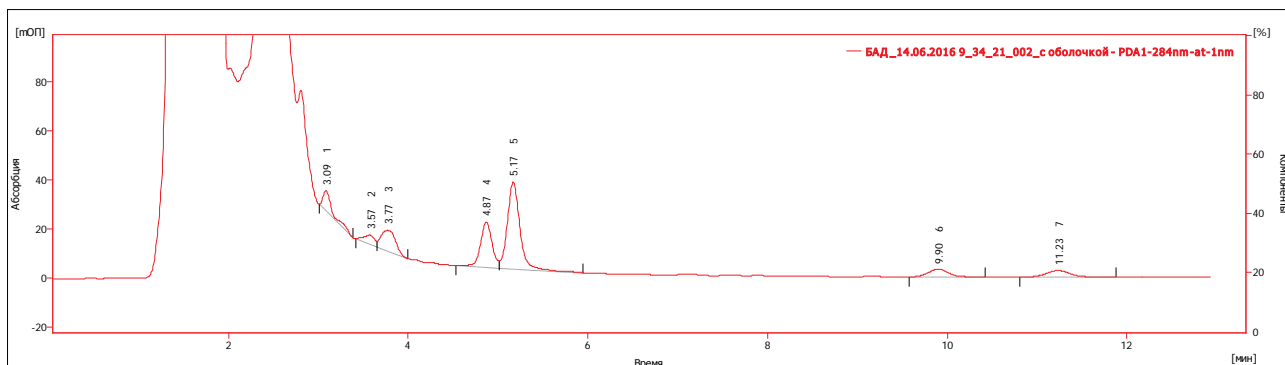


Хроматограмма содержимого капсулы (без оболочки) биологически активной добавки к пище (БАД). Пробоподготовка проводилась в соответствии с МУК 4.1.3331-16. Тадалафил не обнаружен.



Из различных открытых источников известно, что тадалафил может содержаться не внутри капсулы БАД, а в ее наружной желатиновой оболочке. Поэтому оболочку капсулы измельчили и добавили к содержимому капсулы при пробоподготовке.

Хроматограмма содержимого капсулы (с оболочкой) биологически активной добавки к пище (БАД). Пробоподготовка проводилась в соответствии с МУК 4.1.3331-16. Тадалафил также не обнаружен.



Хроматограмма содержимого капсулы (с оболочкой) БАД с добавкой тадалафила

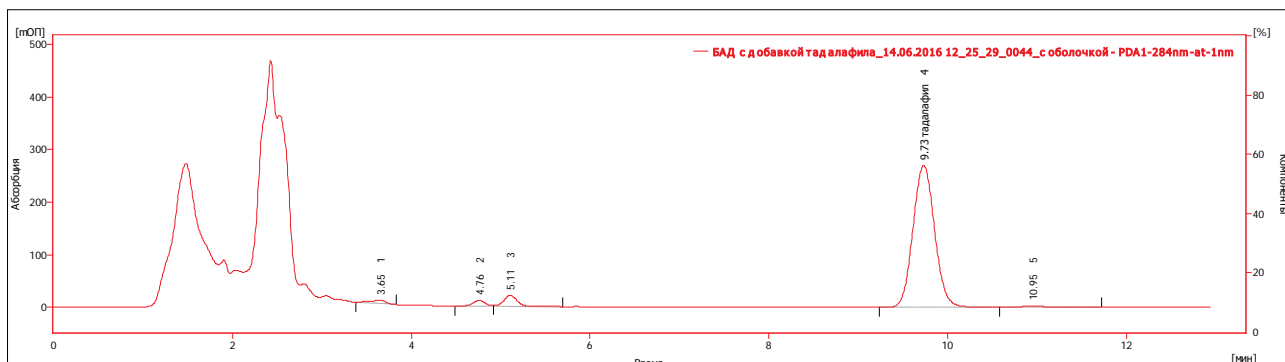


Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – Тадалафил)

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]
Среднее значение	9.729	4529.974	269.084
СКО %	0.14	0.34	0.26
1	9.733	4522.262	269.144
2	9.74	4520.08	268.352
3	9.713	4547.579	269.756

## Выводы

В большинстве полученных результатов СКО по площадям пиков составляет менее 0,5%. Жидкостный хроматограф «МаэстрВЭЖХ» с детектором на диодной матрице можно рекомендовать для определения тадалафила, а также варденафила и силденафила в БАДах. При положительных результатах необходимо обязательное подтверждение наличия указанных веществ с помощью ВЭЖХ-масс-спектрометрии.