

**ЭКСТРАКЦИЯ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЛИСТЬЕВ ОСИНЫ И ИВЫ
СЕМЕЙСТВА SALICACEAE****EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS OF ASPEN AND WILLOW LEAVES OF
THE SALICACEAE FAMILY**

Арсланова Г.Р., аспирант ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», г. Казань, Россия

Arslanova G.R., Post-graduate Student, Professor, Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

Просвирников Д.Б., доктор технических наук, профессор ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», г. Казань, Россия

Prosvirnikov D.B., doctor of Technical Sciences, Professor of Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

Сафин Р.Г., доктор технических наук, профессор ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», г. Казань, Россия

Safin R.G., doctor of Technical Sciences, Professor of Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

Аннотация. В работе приведены результаты исследований экстракции фенольных соединений листьев деревьев семейства Salicaceae, а именно осины и ивы. Описана методика извлечения фенольных соединений салицина и кверцетина методом экстракции с использованием этилового спирта в качестве растворителя. Описана методика идентификации салицина и кверцетина методом тонкослойной хроматографии (ТСХ). Проведена цифровая обработка полученных результатов с помощью компьютерной программы «Визуализатор Sorbfil» (г. Краснодар). Определены оптимальные режимные параметры проведения процесса, позволяющие получить наибольший выход искомым веществ. Максимальный выход кверцетина в размере 1,4% а.с.в. был получен из листьев осины, и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 30 мин, температура экстрагента – 50°C. Максимальный выход салицина из листьев осины составляет 0,26% а.с.в. и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 15 мин, температура экстрагента – 75°C.

Summary. The paper presents the results of studies on the extraction of phenolic compounds from the leaves of trees of the Salicaceae family, namely aspen and willow. A method for extracting phenolic compounds of salicin and quercetin by extraction using ethyl alcohol as a solvent is described. The method of identification of salicin and quercetin by thin-layer chromatography (TLC) is described. Digital processing of the obtained results was carried out using the computer program “Sorbfil Visualizer” (Krasnodar). The optimal operating parameters of the

process, allowing to obtain the highest yield of the desired substances, are determined. The maximum yield of quercetin in the amount of 1.4% a. s. v. was obtained from aspen leaves, and was achieved at the following extraction parameters: the concentration of the ethyl alcohol solution (extractant) – 60%, the extraction duration-30 min, the temperature of the extractant-50°C. The maximum yield of salicin from aspen leaves is 0.26% a. s. v. and is achieved at.

Ключевые слова: фенольные соединения, экстракция, осина, ива.

Key words: phenolic compounds, extraction, aspen, willow.

Фенольные соединения — вещества ароматической природы, входящие в состав растительного сырья. Они обладают широким спектром свойств, например, таких как антимикробных, противовоспалительных, желчегонных, диуретических, гипотензивных, тонизирующих, вяжущих, слабительных и т.д. Проведенный анализ работ по извлечению фенольных соединений показал, что к одному из наиболее популярных видов сырья для их получения относят кору и листья осины и ивы, входящие в общее семейство Salicaceae. Породы осина и ива издавна известны своими лечебными свойствами. В народной медицине из коры и листьев этих пород делали отвары для лечения и профилактики целой гаммы заболеваний. В настоящее время наблюдается тенденция к развитию перспективных направлений получения экстрактов из данных пород древесины и их применения в производстве лекарственных препаратов, мазей, настоек, а также косметических средств, БАДов и других добавок [1-4].

Нами были проведены экспериментальные исследования по извлечению фенольных соединений из листьев осины и ивы, а именно салицина и кверцетина.

Объектами исследований являлись листья ивы (*Salix*) и осины (*Populus tremula*) семейства (Salicaceae), собранные в Республике Татарстан в Лаишевском районе в период май-июнь 2018-2020 г.

Параметры проведения экспериментов были следующими: концентрация экстрагента Ср (спирт этиловый) – 40,60,80% в водном растворе, продолжительность экстракции τ – 15,30,45 мин, температура экстрагента t_p – 25,50, 75°C.

Идентификация полученных соединений проводилась методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) на хроматографических пластинках. После идентификации кверцетина/салицина в извлечениях пластинки сканировали при помощи планшетного сканера HP Scanjet 3670 и осуществляли их цифровую обработку с помощью компьютерной программы «Визуализатор Sorbfil» (г. Краснодар), реализующей метод денситометрической визуализации с получением спектров.

Количественное определение (концентрацию целевых веществ) кверцетина/салицина проводили методом абсолютной калибровки (внешнего стандарта) по градуировочному графику зависимости «масса вещества – площадь пика» (линейная аппроксимация).

На рис. 1 представлены изображения хроматографической пластинки после нанесения на них спиртовых извлечений листьев ивы и СО салицина 0,1% при экстракции в 60% растворе спирта.

Во всех треках наблюдается присутствие цветных пятен, соответствующих СО кверцетину. Поэтому производим расчет всех треков для построения хроматограмм. Расчет

сводится к определению площадей и интенсивности цветных пятен, с получением высоты и ширины пиков на хроматограмме. Каждый пик находится на соответствующем расстоянии от стартовой линии R_f . По данным значениям определяется площадь под пиками хроматограммы.

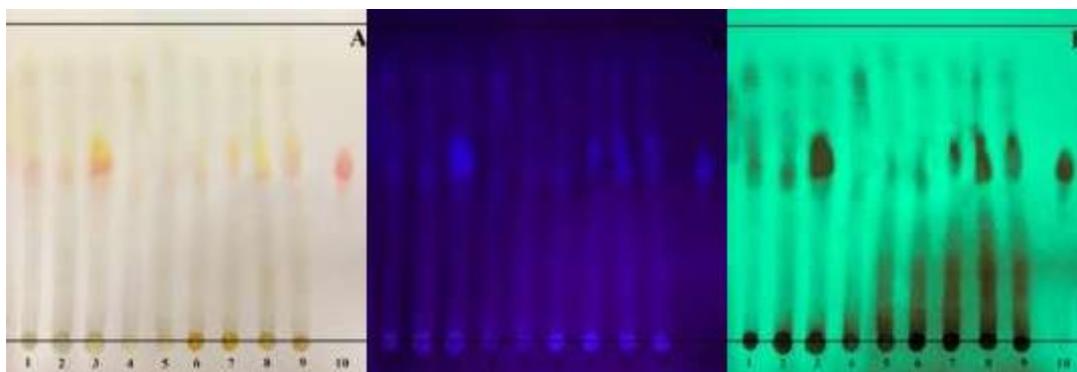


Рисунок 1. Изображения хроматографической пластинки (листья ивы, концентрация экстрагента $C_p=60\%$, идентификация салицина): А – в видимом свете; Б – в УФ-излучении при длине волны 366 нм; В – в УФ-излучении при длине волны 254 нм; условия экстракции (время экстракции τ , мин/температура экстракции $t_p, ^\circ\text{C}$): трек 1 – 15/25, трек 2 – 15/50, трек 3 – 15/75, трек 4 – 30/25, трек 5 – 30/50, трек 6 – 30/75, трек 7 – 45/25, трек 8 – 45/50, трек 9 – 45/75, трек 10 - СО салицина

На 3, 7, 8, 9 треках наиболее отчетливо наблюдаются пятна красно-малинового цвета после проявления, соответствующие СО салицина. На остальных треках пятна менее заметны, однако присутствие окраски говорит о наличии искомого вещества, но, очевидно, в более меньшей концентрации.

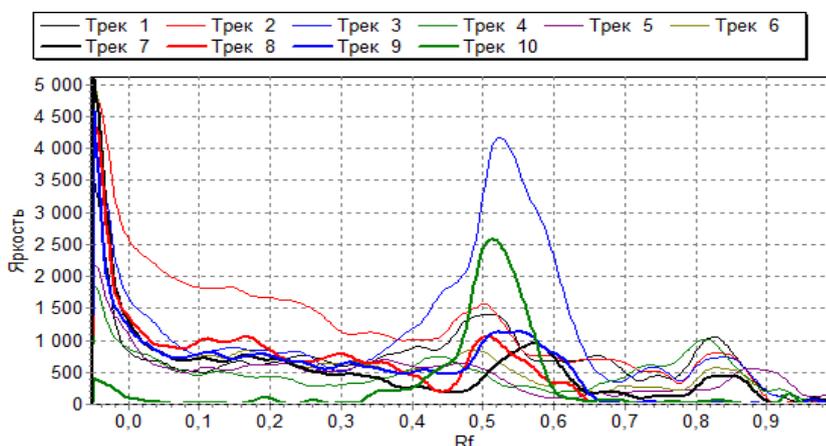


Рисунок 2. Хроматограммы спиртовых извлечений (листья ивы, концентрация экстрагента $C_p=60\%$, идентификация салицина)

Для расчета концентрации для каждого трека (для каждой пробы) выбираются пики, определенные программой, на уровне $R_f = ,51$, соответствующем стандартному образцу. Результаты представлены в таблице 1.

Расчет производится следующим образом. Каждому пику соответствует своя высота и площадь под хроматограммой. По стандартному образцу (трек 10) (для которого известна концентрация и объем нанесения на пластину), а точнее по площади его пика, производится линейная аппроксимация с площадями изучаемых пиков. Через значения площадей для

каждой пробы определяется количество вещества, содержащегося на пластине. Зная количество нанесенного на пластину экстракта, содержащего данное вещество, определяется его концентрация в исходном экстракте (мг/л). Далее через гидромодуль экстракции рассчитывается количественный выход целевого вещества из исходного сырья (кора или листья) в % а.с.в.

Таблица 1. Максимальные выходы кверцетина и салицина из коры и листьев осины и ивы

Сырье	Выход кверцетина, % а.с.в.	Режимы экстракции	Выход салицина, % а.с.в.	Режимы экстракции
Листья ивы	1,30	$C_p = 60\%$; $t_p = 30^\circ\text{C}$; $\tau = 75$ мин	0,26	$C_p = 60\%$; $t_p = 15^\circ\text{C}$; $\tau = 75$ мин
Листья осины	1,40	$C_p = 60\%$; $t_p = 30^\circ\text{C}$; $\tau = 50$ мин	0,22	$C_p = 60\%$; $t_p = 45^\circ\text{C}$; $\tau = 75$ мин

Как видно из таблицы 1 максимальный выход кверцетина из листьев осины составляет 1,4% а.с.в. и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 30 мин, температура экстрагента – 50 °С. Максимальный выход салицина из листьев осины составляет 0,22% а.с.в. и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 45 мин, температура экстрагента – 75°С.

Максимальный выход кверцетина из листьев ивы составляет 1,3% а.с.в. и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 30 мин, температура экстрагента – 75°С. Максимальный выход салицина из листьев осины составляет 0,26% а.с.в. и достигнут при следующих режимных параметрах экстракции: концентрация раствора этилового спирта (экстрагента) – 60%, продолжительность экстракции – 15 мин, температура экстрагента – 75°С.

Список литературы

1. Сафина А.В. Анализ современного состояния технологий процесса экстракции биологически активных веществ из осины и ивы / А.В. Сафина, Г.Р. Арсланова, А.Л. Тимербаева, Д.Ф. Зиятдинова // Деревообрабатывающая промышленность. – 2019. - №4. – С. 51-62.
2. Сафина А.В. Моделирование процесса экстрагирования биологически активных веществ из осины и ивы / Сафина А.В., Г.Р. Арсланова, Д.Ф. Зиятдинова, Р.Г. Сафин, Р.А. Халитов, Д.Р. Абдуллина // Деревообрабатывающая промышленность. – 2020. - № 2. – С. 56-63.

3. Prosvirnikov, D. B., Safin R. G., Zakirov S. R. Microcrystalline Cellulose Based on Cellulose Containing Raw Material Modified by Steam Explosion Treatment //Solid State Phenomena. – Trans Tech Publications. – 2018. – Т. 284. – С.773-778.
4. Дементьева Т.М., Якушева Н.Ю., Компанцева Е.В. Определение салицина в некоторых видах ивы // Дальневосточный медицинский журнал. – 2018. - №. 1. – С. 97-100.
5. Kumar D., Sharma U. High-performance thin-layer chromatography: An economical alternative for the quality control of medicinal plants and derived products //Separation Science Plus. – 2018. – Т. 1. – №. 2. – С. 100-134.
6. Петрук А. А. Фенольные соединения некоторых представителей рода Salix (Salicaceae) Азиатской России // Химия растительного сырья. – 2011. – №. 4. С. 181-185.
7. Kwon D. J., Bae Y. S. Phenolic glucosides from bark of Populus alba× glandulosa (Salicaceae) //Biochemical Systematics and Ecology. – 2009. – V. 37. – №. 2. – pp. 130-132.
8. Лобанова И. Ю., Турецкова В. Ф. Выделение и изучение состава флавоноидов листьев осины обыкновенной // Химия растительного сырья. – 2011. – №. 2. – С. 117-122.
9. Лобанова И. Ю., Турецкова В.Ф. Динамика накопления фенолгликозидов в листьях осины обыкновенной / Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья. Материалы VI Всероссийской конференции. – 2014. –С. 286-288
10. Степанова Е.В., Белянин М.Л. Полный синтез природного фенолгликозида салицилоил-салицина и его аналога салицилоил-салирепина // Фундаментальные исследования. - 2013. - № 8-3. - С. 736-740.

References

1. Safina A. V., Arslanova G. R., Timerbaeva A. L., Ziatdinova D. F. Analysis of the current state of technology for the extraction of biologically active substances from aspen and willow // Woodworking industry. – 2019 - № 4. – pp. 51-62.
2. Safina A. V., Arslanova G. R., Ziatdinova D. F.,Safin R. G., Khalitov R. A., Abdullina D. R. Modeling of the process of extracting biologically active substances from aspen and willow // Woodworking industry. – 2020 - № 2. – pp. 56-63.
3. Prosvirnikov, D. B., Safin R. G., Zakirov S. R. Microcrystalline Cellulose Based on Cellulose Containing Raw Material Modified by Steam Explosion Treatment //Solid State Phenomena. – Trans Tech Publications. – 2018. – Т. 284. – pp. 773-778.
4. Dementieva T. M., Yakusheva N. Yu., Kompantseva E. V. Determination of salicin in some types of willow // Far Eastern medical Journal. – 2018. - №. 1. – pp. 97-100.
5. Kumar D., Sharma U. High-performance thin-layer chromatography: An economical alternative for the quality control of medicinal plants and derived products //Separation Science Plus. – 2018. – Т. 1. – №. 2. – pp. 100-134.
6. Petruk A. A. Phenolic compounds of some representatives of the genus Salix (Salicaceae) Asiatic Russia // Chemistry of plant raw materials. – 2011. – №. 4. Pp. 181-185.
7. Kwon D. J., Bae Y. S. Phenolic glucosides from bark of Populus alba× glandulosa (Salicaceae) //Biochemical Systematics and Ecology. – 2009. – V. 37. – №. 2. – pp. 130-132.
8. Lobanova I. Yu., Turetkova V. F. Isolation and study of the composition of flavonoids of leaves of aspen common // Chemistry of plant raw materials. – 2011. – №. 2. – pp. 117-122.

9. Lobanova I. Yu., Turetkova V. F. Dynamics of accumulation of phenolglycosides in leaves of common aspen / New achievements in chemistry and chemical technology of plant raw materials. Materials of the VI All-Russian Conference. – 2014. – pp. 286-288
10. Stepanova E. V., Belyanin M. L. Complete synthesis of the natural phenolglycoside salicyloyl-salicin and its analog salicyloyl-salirepin. – 2013. – No. 8-3. – pp. 736-740.