

تحديد المحتوى الكيميائي والفعالية المضادة للأكسدة وعزل المركب الفلافونويدي
اللتبولين من نبات القيصوم *Achillea Falcata* L. السوري
ملاز الباشا*⁽¹⁾

(1). قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة حلب، حلب، سورية.
*للمراسلة: د. ملاز الباشا. البريد الإلكتروني: (Malazalbasha9@gmail.com).

تاريخ القبول: 2019/04/12

تاريخ الاستلام: 2019/01/29

الملخص

أجريت الدراسة الحالية في الفترة الواقعة بين بداية شهر أيار وحتى نهاية شهر آب في عام 2017 وُجِع نبات القيصوم من الحقول والبساتين لمحافظة دير الزور، تناولت الدراسة استخلاص المكونات الفعالة من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم *Achillea Falcata* L. باستخدام مذيبات مختلفة؛ ميثانول 70%، إيثانول 80%، ميثانول 99.9%، إيثانول 96.9%، كلوروفورم 99.8%، وهكسان 98.5%، وقد حققت الخلاصة الإيثانولية 80% أعلى مردود استخلاص في كل من الأجزاء الهوائية وجذور لنبات القيصوم، كما تم الكشف النوعي عن وجود السكريات، والمواد العفصية، والصابونينات، في الخلاصة الإيثانولية 80%، ولوحظ أن السكريات قد أعطت نتيجة كشف إيجابية في كل من الأجزاء الهوائية، والجذور لنبات القيصوم، وقد حُدد تركيز الفلافونويدات في خلاصات ميثانول 70%، إيثانول 80%، ميثانول 99.9%، إيثانول 96.9%، كلوروفورم 99.8%، وهكسان 98.5%، وقد حققت الخلاصة الإيثانولية 80% أعلى تركيز من الفلافونويدات في كل من الأجزاء الهوائية 59.21، والجذور 25.26 لنبات القيصوم مقدراً بالميلي غرام في 1 غرام، كما حُددت الفعالية المضادة للأكسدة عن طريق إزالة الجذر الحر الـ DPPH في الخلاصات السابقة، وحققت خلاصة ميثانول 70% من بين الخلاصات المدروسة للأجزاء الهوائية 78.42%، والجذور 64.83% لنبات القيصوم أعلى نسبة مئوية لإزالة الجذر الحر DPPH، كما تناول هذا البحث عزل وتنقية وتشخيص المركب الكيميائي اللتبولين وهو مركب فلافونويدي له أهمية كبيرة كمضاد للأكسدة باستخدام التقانات المطيافية والكروماتوغرافية (UV, IR, HPLC).

الكلمات المفتاحية: الفعالية المضادة للأكسدة، القيصوم، المكونات الفعالة، الخلاصة الإيثانولية، الخلاصة الميثانولية، الجذر الحر DPPH.

المقدمة:

استخدمت النباتات الطبية في المداواة منذ القدم، وقد أثبتت العديد من الدراسات الفعالية العلاجية للعديد من النباتات التي استعملتها الشعوب المختلفة في التداوي وكمثال على ذلك جذور نبات الراولفيا *LRauwolfia tetraphylla* الذي استعملته الهنود منذ أكثر

من ألفي عام، حيث تبين حديثاً فعاليته في علاج ضغط الدم، وذلك في منتصف القرن العشرين، وكذلك بذور نبات الستروفانثوس *Strophanthus Gratus L.* والتي استخدمتها بعض الشعوب الإفريقية في علاج الأمراض القلبية، بالإضافة إلى نبات الجنسنغ *Panax* المعروف في الطب الصيني حيث يستخرج منه حالياً العديد من الأدوية المنشطة للجلمة العصبية، والدورة الدموية (العودات، 2001).

ينتمي نبات القيصوم *Achillea Falcata L.* إلى العائلة المركبة *Asteraceae* ويضم حوالي 115 نوعاً معظمها منتشر في آسيا وأوروبا (Radulovic et al., 2010)، كما يسمى نبات القيصوم بالأخيليا ذات الألف ورقة، وهو نبات عشبي معمر، يتراوح ارتفاعه ما بين سم 20-120، جذاميره Rhizome دقيقة كثيرة التفرع، وأوراقه مركبة ريشية مضاعفة، ونورته خيمية يتراوح قطرها ما بين 2-15 سم، وأزهاره بيضاء (مشنط وقطاع، 2009).

ويصنف نبات القيصوم كما يلي:

تحت مملكة Sub-Kingdom: النباتات الوعائية، شعبة Magnoliophyta: مغطاة البذور، صف Magnoliopsida: ثنائيات الفلقة، رتبة: ملتحات المآبر، الفصيلة: المركبة *Asteraceae*، الجنس: الأخيليا *Achillea* (خليفة أطوان بشاره، 1998). وتعتبر من أقدم النباتات المستخدمة في الطب الشعبي لاحتوائها على مجموعة واسعة من المركبات الكيميائية المستخدمة في العلاج الدوائي كالقلويدات، والحموض الفينولية، والفلافونويدات، والزيوت العطرية، والتانينات، والصابونينات، وغيرها (Motavalizadehkakhky et al., 2013).

تعرف المواد العنصرية بالمركبات عديدة الفينولات خالية من النتروجين تسمى أيضاً الأعفاص لوجودها بتراكيز عالية في النباتات العارية البذور كالعفص والسرو والصنوبر وغيرها وتسمى المواد القابضة لأثرها الطبي في وقف الإسهال، توجد هذه المواد في قلف وسيقان وأوراق وثمار النباتات (Ansari et al., 2012).

كما تعرف الصابونينات بأنها مركبات طبيعية في النباتات ذات صفات كيميائية تشبه الغليكوزيدات لكنها تتميز بكونها تنتج رغوة صابونية عند رجها مع الماء، وتتميز باحتوائها على جزء غليكوني ذواب في الماء، وجزء أغليكوني غير ذواب في الماء ويكون فيها الأغليكون عبارة عن الصابوجينين وهو إما ستروئيد، أو تريين ثلاثي، وتؤدي إلى تحلل الدم، إذا حقنت في الأوعية الدموية، وعديمة الضرر إذا أخذت عن طريق الفم (Ashutos, 2007). وقد استخدمت طرق كروماتوغرافية مختلفة لعزل الصابونينات، وتتم حلمتها (تحلل القلويد في وسط مائي) بواسطة الحموض أو الأسس لتعطي جزءاً لاسكرياً *Aglycon* ووحدات سكرية مختلفة (Ngbele et al., 2008).

درس (Abrass et al., 2015) التركيب الكيميائي للزيت العطري في نبات القيصوم *Achillea falcata L.* باستخدام GC/MS وقد حددوا 18 مركباً ومنها الكافور بنسبة 30.06% والسينيول بنسبة 28.82% كما درسوا فعالية الزيت العطري لنبات القيصوم كمضاد للبكتريا وقد حقق فعالية عالية ضد بكتريا المكورات العنقودية الذهبية *Staphylococcus aureus*.

قام (Dogan et al., 2010) بتحديد محتوى الفينولات الكلية في نبات القيصوم باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC واعتبروا حمض الغاليك محلولاً عيارياً وذلك عند طول موجة نانومتر 212، والتدفق د/مل 1 واستخدموا طور متحرك مؤلف من ماء

مقطر: ميثانول: حمض الفوسفور بالنسب التالية على الترتيب (0.1: 20: 79.9) فكانت قيمة محتوى الفينولات الكلية في نبات القيصوم غ 1/مغ 7.67.

كما درس (Rajaei et al., 2016) فعالية مستخلصات نبات الأخيليا *Achillea talagonica* في تثبيط نمو بيوض طفيلي الكوكسيديا Avian coccidiosis والذي يعتبر من أكثر الأمراض المعدية للدواجن، ولوحظ أن التأثير المثبط للمستخلصات الكحولية لنبات الأخيليا على الطفيلي كان أكبر من المستخلصات المائية.

درس الباحث (Sengul et al., 2009) الخصائص المضادة للأكسدة في خلاصة ميثانول-ماء 70% لنبات القيصوم، وقيموا محتواه من الفينولات الكلية باستعمال كاشف فولين سيوكالتيو إذ بلغ تركيزها غ/ملغ 7.67، ووجدوا بأن الفعالية المضادة للأكسدة بطريقة تبييض β -الكاروتين، قد بلغت 7.028%.

ونظراً للأهمية الكبرى والفوائد التي تتميز بها معظم النباتات والأعشاب الطبية الموجودة في القطر العربي السوري، كان لا بد من التفكير بشكل جدي للاستفادة من هذه المعطيات وتسخيرها في خدمة الإنسان سواءً في المجال الطبي والصيدلاني أو في المجال الغذائي، ولهذا تطرقنا في دراستنا لاختيار نبات القيصوم *Achillea Falcate L.* حيث يستخدم في الوقت الحاضر على المستوى الشعبي كغذاء، وعلاج، ولكن على نطاق ضيق بسبب الخوف من سميته، وعدم توفر دراسات طبية أو صيدلانية، وكيميائية مفصلة عنه في سورية، وهذا ما يعطي البحث أهمية علمية وتطبيقية، لذا يهدف البحث للكشف عن بعض المواد الكيميائية الفعالة، وعزل مركب من مجموعة الفلافونويدات، بهدف الاستناد لهذه النتائج في دراسات تطبيقية لاحقة.

مواد البحث وطرقه:

1-المادة النباتية: جُمعت عينات من نبات القيصوم من الأراضي الزراعية لمحافظة دير الزور وذلك خلال الفترة الزمنية الممتدة من بداية شهر أيار وحتى نهاية شهر آب في عام 2017، حيث قسم النبات المدروس إلى قسمين تضمن القسم الأول الأجزاء الهوائية (السوق والأوراق والأزهار) وتضمن القسم الثاني أزهار النبات. جففت العينات السابقة في جو المختبر بوضعها في الظل عند درجة الحرارة م²⁵ حتى ثبات الوزن (مدة أسبوع)، بعدها طحنت الأجزاء المجففة بواسطة مطحنة ذات شفرات للحصول على المسحوق النباتي، تم حفظ المسحوق النباتي الجاف ضمن أوعية زجاجية معتمة ومحكمة الإغلاق وفي مكان بارد لإجراء عمليات الاستخلاص والتجارب اللازمة.

2- الأجهزة والأدوات المستخدمة:

- جهاز الأشعة ما فوق البنفسجية والمرئية UV/VIS-Spectrophotometer من شركة هاش Hatch موديل DR/400U.
- جهاز الأشعة ما دون الحمراء IR Spectroscopy، موديل FT/IR-4200 من إنتاج شركة Jasco.
- جهاز كروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC، من شركة Young-Line Clarity مع عمود فصل C18 من إنتاج شركة Thermo.
- مصباح UV مزود بلمبتين 254nm و 366nm من شركة Desaga.
- صفائح سيليكاجيل نوع Silicagel 60GF₂₅₄ مطلية على رقائق ألومنيوم من شركة Merck.

- مبخر دوار، موديل VVI، من شركة Heidolph.

- ميزان الكتروني حساس (حساسية 0.1mg) موديل BL210S، من إنتاج شركة Sartorius.

- جهاز الأمواج فوق الصوتية Ultrasonic من إنتاج شركة QH Kerry Limited.

3- المواد المستخدمة:

- المركبات العيارية: اللتيولين من شركة Sigma-Aldrich.

- مذيبات وأحماض مختلفة: ميثانول، إيثانول، كلوروفورم، خلات الاثيل، اسيتونتريل، هكسان، ثنائي كلورو ميثان، حمض

الخل الثلجي، حمض كلور الماء، حمض الكبريت، حمض النمل، وجميعها من شركة Merck.

- مواد مختلفة: DPPH، α -نفتول، كلوريد الحديد، كلوريد الزئبق، هيدروكسيد الصوديوم، خلات الرصاص، نترات

الصوديوم، كلوريد الألمنيوم، كربونات الصوديوم، كلوريد الكالسيوم وجميعها من شركة Merck.

4- طرائق العمل:

4-1- تحديد نسبة الرطوبة في نبات القيصوم:

وزن بدقة 5 غ من مسحوق كل من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم كل على حدة، ووضع في فرن التجفيف عند الدرجة م¹⁰⁵، وترك حتى ثبات الوزن، ثم نقل بعد التبريد لمجفف يحوي كلوريد الكالسيوم اللامائي، ثم حُددت النسبة المئوية للرطوبة من العلاقة (1)، (Joerg, 2004):

$$(1) \quad \text{النسبة المئوية للرطوبة} \% = \frac{\text{وزن العينة قبل التجفيف} - \text{وزن العينة بعد التجفيف}}{\text{وزن العينة قبل التجفيف}} \times 100$$

4-2- تحديد محتوى المواد الدهنية في مستخلص نبات القيصوم:

تم وزن بدقة غ 10 من مسحوق كل من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم كل على حدة واستخلص بـ مل 50 من مزيج من الهكسان وثنائي كلورو ميثان بالنسب (حجم/حجم 1:1)، ومن ثم تم تعريض محلول كل خلاصة للأمواج فوق الصوتية عند الدرجة م⁴⁰ لمدة 90 دقيقة، رشحت الخلاصة الناتجة لكل محلول، وكُرّر الاستخلاص باستخدام نفس الحجم من المحل ثلاث مرات في نفس الشروط، جمعت تلك الخلاصات، ثم بخر المحل باستخدام المبخر الدوار عند الدرجة م⁴⁰، ووضعت بعد ذلك الكمية المتبقية في مجفف يحوي كلوريد الكالسيوم اللامائي حتى بَرَدت ثم وزنت، وحددت النسبة المئوية للحموض الدهنية من العلاقة (2)، Joerg, (2004):

$$(2) \quad \text{النسبة المئوية للحموض الدسمة} \% = \frac{\text{وزن الخلاصة الجافة (g)}}{\text{وزن النبات الجاف (g)}} \times 100$$

4-3- تحديد نسبة الاستخلاص الأجزاء الهوائية وجذور نبات القيصوم:

استُخْلِص غ 3 من مسحوق كل من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم كل على حدة بحوالي مل 30 من المذيبات التالية (ميثانول 99.9%، إيثانول 96.9%، ميثانول 70%، إيثانول 80% كلوروفورم 99.8%، وهكسان 98.5%) وذلك بتعريضها للأمواج فوق الصوتية عند درجة الحرارة م⁴⁰ لمدة 90 دقيقة، ثم رشحت الخلاصة الناتجة لكل محلول، وكُرّر الاستخلاص باستخدام نفس الحجم

من المحل ثلاث مرات بنفس الشروط، بعد ذلك جمعت تلك الخلاصات بعيداً عن الضوء، ثم بُخرت باستخدام المبخر الدوار تحت الضغط المنخفض وبدرجة حرارة لا تتجاوز 40° حتى ثبات الوزن والحصول على خلاصة جافة تماماً، ووزنت الخلاصات وحسب مردود كل خلاصة وفقاً للعلاقة (3) (Cheung, 2004):

$$(3) \quad \text{النسبة المئوية للاستخلاص} \% = \frac{\text{وزن الخلاصة الجافة (g)}}{\text{وزن النبات الجاف (g)}} \times 100$$

4-4- الكشف الكيميائي لبعض المواد الفعالة في نبات القيصوم:

4-4-1- الكشف عن السكريات:

تم الكشف عن السكريات حسب اختبار موليش Molisch، وذلك بأخذ 2ml من محلول الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية والجذور في نبات القيصوم كل على حدة، ثم أُضيف إليها عدة قطرات من محلول α -نفتول الميثانولي بتركيز 1%، وعدة قطرات من حمض الكبريت المركز، حيث لوحظ تشكل حلقة ذات لون بنفسجي، مما يدل على وجود السكريات، (Dhanraj et al., 2013).

4-4-2- الكشف عن المواد العفصية (الدباغية):

تم الكشف عن المواد العفصية باستخدام الطريقتين التاليتين:

الطريقة الأولى: تم أخذ 2مل من محلول الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية والجذور من نبات القيصوم كل على حدة، ثم أُضيف إليها عدة قطرات من محلول كلوريد الحديد FeCl_3 بتركيز 10%، فلوحظ تشكل راسب أخضر، أو أزرق داكن، مما يدل على وجود المواد العفصية (Ajuru et al., 2017).

الطريقة الثانية: تم أخذ 2مل من محلول الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية والجذور في نبات القيصوم كل على حدة ثم أُضيف إليها عدة قطرات من محلول خلات الرصاص $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ بتركيز 10%، فلوحظ تشكل راسب أبيض هلامي القوام، مما يدل على وجود المواد العفصية، (Waffa, 2013).

4-4-3- الكشف عن الصابونينات:

تم الكشف عن الصابونينات باستخدام الطريقتين التاليتين:

الطريقة الأولى: تم أخذ 2 مل من محلول الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية والجذور من نبات القيصوم كل على حدة ثم أُضيف إليها 10 مل من الماء المقطر، ورجت بشدة لمدة دقيقتين، وفي حال وجود الصابونينات لوحظ تشكل طبقة من الرغوة لا يقل ارتفاعها عن سم 1.5 وتبقى ثابتة لمدة عشر دقائق على الأقل، ولا تختفي عند إضافة قطرات من حمض كلور الماء بتركيز 2 نظامي (Waffa, 2013).

الطريقة الثانية: تم أخذ 2مل من محلول الخلاصات الإيثانولية 80%، ثم أُضيف إليها 0.5ml من كلوريد الزئبق، ولوحظ تشكل راسب أبيض في بعض الخلاصات مما يدل على وجود الصابونينات. (Ngbele et al., 2008).

4-5- تحديد محتوى الفلافونويدات في مستخلص نبات القيصوم:

المحلول العياري: حضرت سلسلة محاليل عيارية لمركب الروتين بالتراكيز (مغ/ل 200, 280, 360, 440, 520) في الماء المقطر، وقد تم اختيار هذه التراكيز لكونها أعطت امتصاصيات لمحلول الروتين ضمن المجال (1-0.1)، ثم نقل 1 مل من المحاليل العيارية إلى دوارق حجمية سعة 10 مل وأضيف لكل منها 4 مل من الماء المقطر ومل 0.3 من نترتيت الصوديوم 5%، وبعد مرور 5 دقائق من ذلك أضيف 0.3 مل كلوريد الألمنيوم 10%، وتُرك مزيج الدوارق ليستقر لمدة 6 دقائق وأضيف 2 مل من هيدروكسيد الصوديوم مول/ل 1 ومن ثم مُدّدت الحجم حتى مل 10 بالماء المقطر.

العينات: استخلص غ 3 من مسحوق كل من الأجزاء الهوائية وجذور نبات القيصوم كل على حدة بحوالي مل 30 من كل من المذيبات التالية (ميثانول 99.9%، إيثانول 96.9%، ميثانول 70%، إيثانول 80% كلوروفورم 99.8%، وهكسان 98.5%)، وقد استخدم الميثانول 70%، والإيثانول 80% لكونهما حققا أعلى فعالية في الدراسات المرجعية، ثم تم تعريض المذيبات للأمواج فوق الصوتية عند درجة الحرارة م° 40 لمدة 90 دقيقة، باعتبار طريقة الاستخلاص بالأمواج فوق الصوتية قد أعطت مردود استخلاص أعلى مقارنة بطريقة النقع، ثم رشحت الخلاصة الناتجة لكل محلول، وكرّر الاستخلاص باستخدام نفس الحجم من المحل ثلاث مرات في نفس الشروط، جمعت تلك الخلاصات بعيداً عن الضوء، ثم بُخرت باستخدام المبخر الدوار تحت الضغط المنخفض وبدرجة حرارة لا تتجاوز م° 40 حتى ثبات الوزن والحصول على خلاصة جافة تماماً، ثم طبقت نفس الخطوات المتبعة في المحلول العياري.

المحلول الشاهد Blank solution: حضر المحلول الشاهد باتباع نفس الخطوات السابقة ولكن بإضافة 1 مل من الماء المقطر بدلاً من المحلول العياري أو العينة، وتركت الدوارق المعدة للقياس لتستقر محتوياتها مدة 30 دقيقة، ومن ثم تم قياس الامتصاصية عند طول الموجة نانو متر 510 باستخدام مطيافية الأشعة ما فوق البنفسجية (Jia Zhao et al., 2018).

4-6- تحديد فعالية إزالة الجذر الحر DPPH من مستخلص نبات القيصوم:

المحلول العياري: حضرت سلسلة محاليل عيارية من حمض الأسكوربيك في الماء المقطر بالتراكيز (0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5) مغ/مل، أخذ 2 مل من كل تركيز ومُزج مع 2 مل من محلول DPPH بالتركيز ميكرو مول/ل 100 الممدد بالمحلول الإيثانولي 96% ثم أكملت الحجم حتى مل 10 بالمحلول الإيثانولي 96%.

العينات: استخلص غ 3 من مسحوق الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم كل على حدة بحوالي مل 30 من كل من المذيبات التالية (ميثانول 99.9%، إيثانول 96.9%، ميثانول 70%، إيثانول 80% كلوروفورم 99.8%، وهكسان 98.5%)، وذلك بتعريضها للأمواج فوق الصوتية عند درجة الحرارة م° 40 لمدة 90 دقيقة.

رشحت الخلاصة الناتجة لكل محلول، وكرّر الاستخلاص باستخدام نفس الحجم من المحل ثلاث مرات في نفس الشروط، جمعت تلك الخلاصات بعيداً عن الضوء، ثم بُخرت باستخدام المبخر الدوار تحت الضغط المنخفض وبدرجة حرارة لا تتجاوز م° 40 حتى ثبات الوزن والحصول على خلاصة جافة تماماً، ثم حضرت محاليل من الخلاصات الجافة بالتراكيز (0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5) مغ/مل أخذ 2 مل من كل تركيز ومزج مع 2 مل من محلول DPPH تركيز ميكرو مول/ل 100 الممدد بالمحلول الإيثانولي 96% ثم أكملت الحجم حتى مل 10 بالمحلول الإيثانولي 96%.

المحلول القياسي Control Solution: أخذ مل 2 من محلول DPPH الإيثانولي تركيز ميكرو مول/ل 100 وأكمل الحجم حتى مل 10 بالمحلول الإيثانولي 96%.

المحلول الشاهد Blank Solution: المحلول الإيثانولي فقط.

تركبت جميع المحاليل المحضرة بالظلام لمدة 30 دقيقة وقيست الامتصاصية عند طول موجة 517 nm، وحسبت النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر DPPH وفق العلاقة (4): (Abramovic et al., 2018).

$$\text{Scavenged DPPH\%} = [(A_0 - A_1) / A_0] \times 100 \quad (4)$$

A_0 : امتصاصية المحلول القياسي، A_1 : امتصاصية العينة أو المحلول العياري.

7-4- تشخيص اللتيولين وبيان طرق عزله وتنقيته:

حددت هوية اللتيولين الموجود في الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم بإتباع الخطوات التالية:

أخذ غ 30 من الأجزاء الهوائية المجففة وطحنت جيداً لتحويلها إلى مسحوق ناعم، ثم استخلصت بـ مل 100 من المحلول الميثانولي 70% باستخدام جهاز الأمواج فوق الصوتية (Ultrasonic) لمدة 90 دقيقة، وعند درجة حرارة لا تتجاوز 40 م° وكُررت عملية الاستخلاص ثلاث مرات، ثم جُمعت الخلاصات السابقة، وغُسلت بمزيج مؤلف من الهكسان وثنائي كلورو ميثان (حجم/حجم: 1:1) للتخلص من المواد الدهنية المرافقة، ثم رُكزت الخلاصات النهائية إلى النصف باستخدام المبخر الدوار وتحت الضغط المنخفض وعند درجة حرارة لا تتجاوز 40 م°، واستخدمت الخلاصة الناتجة في كشف ودراسة المركب الفينولي (اللتيولين).

4-7-1- تشخيص اللتيولين:

تم التعرف على هذا المركب ضمن الخلاصة السابقة للأجزاء الهوائية لنبات القيصوم بطريقة كروماتوغرافيا الطبقات الرقيقة TLC باستخدام صفائح مطلية بطبقة من هلام السيليكا مع طور متحرك مؤلف من مزيج المذيبات (خلات الاثيل: حمض الخل الثلجي: حمض النمل: ماء) بالنسب (2.6:1.2:1.2:10) (Vitalini et al., 2011)، والذي كان مناسباً من أجل فصل اللتيولين الموجود ضمن الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم، مقارنةً مع عينة عيارية وتمت عملية الإظهار باستخدام الكاشف التالي:

- محلول كلوريد الألمنيوم الإيثانولي بتركيز 5%، ثم الأشعة فوق البنفسجية عند طول الموجة 366 نانومتر.

4-7-2- العزل والتنقية:

بعد التأكد من وجود المركب المطلوب في خلاصة الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم وذلك اعتماداً على التشخيص المذكور سابقاً استعملت الخلاصة الميثانولية النهائية السابقة لفصل المركب الفينولي اللتيولين الموجود في الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم.

تم فصل المركب المدروس من الخلاصة الميثانولية باستخدام الشرائح الزجاجية الرقيقة المطلية بمادة السيليكا جل 60 الخاصة بالشرائح الرقيقة المحضرة مخبرياً وذلك بطريقة سحب المحلول المائي المغلي للسيليكا جل على الألواح الزجاجية قياس سم 20×20 بسماكة 0.25 مم، ثم جففت حتى اليوم التالي واستخدم طور متحرك مؤلف من (خلات الاثيل: حمض الخل الثلجي: حمض النمل: ماء) بالنسب (2.6:1.2:1.2:10) على التوالي.

وضعت الشرائح الزجاجية تحت مصباح UV وعند الطول الموجي 366 نانومتر ف لوحظ تألقاً واضحاً للتيولين بعد تحديد موقع البقعة وقشطت ووضعت في محل الميثانول من أجل عملية الاستخلاص من السيليكاجل، ورشح المستخلص الحاوي على حبيبات السيليكاجل للحصول على محلول ميثانولي يحتوي على اللتيولين.

فُسمت الكمية المعزولة من اللتيولين إلى ثلاثة أجزاء من أجل الدراسة الطيفية والكروماتوغرافية.

4- التحليل الإحصائي: حُلَّت النتائج ببرنامج SPSS V. 23 لإيجاد أقل فرق معنوي فيما بينها عند مستوى معنوية 5% .

النتائج والمناقشة:

1-تحديد نسبة الرطوبة والمواد الدهنية في نبات القيصوم:

تم تحديد محتوى الرطوبة الكلية، والمواد الدهنية لكلٍ من الأجزاء الهوائية والجذور في نبات القيصوم، وتم الحصول على النتائج المبينة في الجدول (1).

الجدول 1. النسبة المئوية للرطوبة، والمواد الدسمة في نبات القيصوم

| العينات | الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم | جذور نبات القيصوم |
|---------------------------------|--------------------------------|-------------------|
| النسبة المئوية للرطوبة % | 4.62 | 7.50 |
| النسبة المئوية للمواد الدهنية % | 10.54 | 2.78 |

لوحظ أن النسبة المئوية للرطوبة كانت أكبر في جذور نبات القيصوم، وأن النسبة المئوية للمواد الدهنية كانت أكبر في الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم، كما اتفقت نتائج نبات القيصوم مع نتائج دعبول (2014) في دراسة نبات الهندباء البرية في أن النسبة المئوية للجذور أكبر مما هي عليه في الأجزاء النباتية.

2- تحديد نسبة الاستخلاص في مستخلصات نبات القيصوم:

توضح النتائج في الجدول (2) نسبة مردود الاستخلاص في كلٍ من الأجزاء الهوائية، والجذور لنبات القيصوم، وقد اتضح أن أفضل نسبة مئوية للاستخلاص في كل من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم كانت في خلاصة إيثانول 80%، جاءت بعدها خلاصة ميثانول 70%. ثم الخلاصة الميثانولية فالإيثانولية، أما خلاصات الكلوروفورم، والهكسان فقد أعطت تراكيز منخفضة نسبياً مقارنةً مع الخلاصات الأخرى، وهذا يتفق مع نتائج (Brown, 1980) في احتواء نبات القيصوم على كمية كبيرة من المركبات القطبية، كالمركبات الفينولية والفلافونيدية القابلة للانحلال في المحلات القطبية، لذلك فإن خلاصات إيثانول 80% وميثانول 70% قد حققت أعلى مردود استخلاص.

الجدول 2. نسبة مردود الاستخلاص في مستخلصات نبات القيصوم

| النسبة المئوية للاستخلاص % | الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم | جذور نبات القيصوم |
|----------------------------|--------------------------------|-------------------|
| 70% ميثانول | 32.86 | 20.21 |
| 80% إيثانول | 45.50 | 24.33 |
| ميثانول | 22.43 | 10.60 |
| إيثانول | 13.82 | 9.33 |
| كلوروفورم | 5.76 | 1.66 |
| هكسان | 3.65 | 1.50 |

3-الكشف الكيميائي عن بعض المركبات الفعالة في الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم:

تم تحديد الكشف الكيميائي عن بعض المواد الفعالة في مستخلصات الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم، وتم الحصول على النتائج الموضحة في الجدول (3).

الجدول 3. نتائج الكشف الكيميائي عن المركبات الفعالة في الأجزاء الهوائية وجذور نبات القيصوم

| الخلاصة الإيثانولية 80% لنبات القيصوم | | الكاشف المستخدم | المركبات الفعالة |
|---------------------------------------|----|-----------------|------------------|
| أ.ه | ج | | |
| ++ | ++ | موليش | السكريات |
| + | + | كلوريد الحديد | المواد العفصية |
| + | + | خلات الرصاص | |
| - | + | الرغوة | الصابونينات |
| - | + | كلوريد الزنبق | |

دلالات الرموز أ.ه: أجزاء هوائية، ج: جذور، +: نتيجة إيجابية واضحة، ++: نتيجة إيجابية شديدة الواضحة، -: نتيجة سلبية للكشف.

لوحظ من الجدول (3) عند الكشف عن السكريات باستخدام كاشف موليش في الخلاصة الإيثانولية 80% في الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم ظهور حلقة بلون بنفسجي واضح، مما يدل على التركيز المرتفع للسكريات في الخلاصات، ولوحظ عند الكشف عن المواد العفصية أن الخلاصة الإيثانولية 80%، للأجزاء الهوائية، والجذور لنبات القيصوم قد حققت نتيجة كشف إيجابية، أما بالنسبة للكشف عن الصابونينات فقد كانت نتيجة الكشف إيجابية في الأجزاء الهوائية للنبات وسلبية في جذوره، وهذا يتفق مع نتائج (Souza *et al.*, 2006) حيث كانت نتائج الكشف عن المواد العفصية، والصابونينات إيجابية في نبات القيصوم.

4-تحديد محتوى الفلافونويدات في مستخلص نبات القيصوم:

يبين الجدول (4) تغير امتصاصية عياري الروتين بدلالة تغير التركيز.

الجدول 4. تغير امتصاصية عياري الروتين مع تغير التركيز

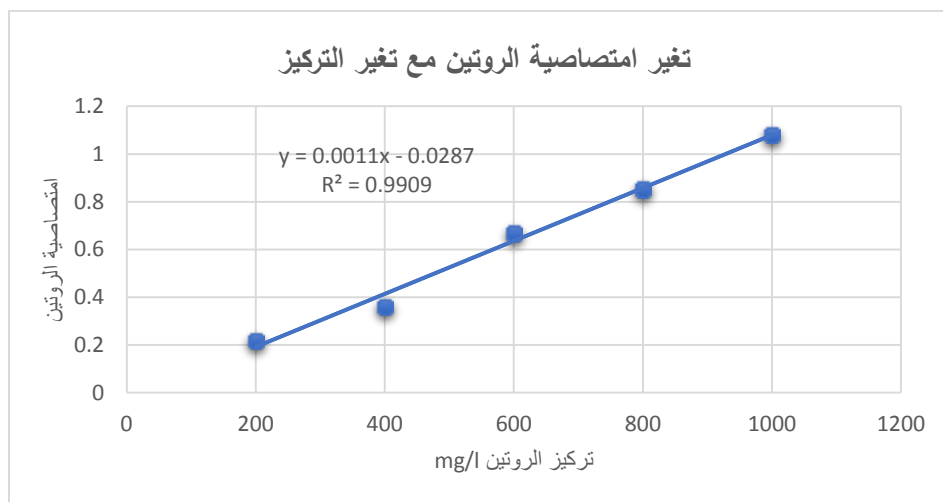
| تركيز عياري الروتين mg/l | امتصاصية عياري الروتين عند 510nm |
|-----------------------------|-------------------------------------|
| 200 | 0.219 |
| 400 | 0.361 |
| 600 | 0.6667 |
| 800 | 0.854 |
| 1000 | 1.081 |

حسبت تراكيز الخلاصات من المعادلة الموضحة في الشكل (1) على أساس الروتين، ويظهر هذا الشكل منحنى تغير امتصاصية الروتين مع تغير تركيزه.

ولبيان معنوية تأثير اختلاف تركيز الروتين على الامتصاصية أجري تحليل التباين الذي أعطى النتائج الموضحة بالجدول (5)

الجدول 5. تحليل التباين لامتناسية الروتين القياسي مع التركيز مقدراً ملغ/مل

| Model | Sum of Squares | Df | Mean Square | F | Sig |
|------------|----------------|----|-------------|---------|--------------------|
| Regression | 0.489 | 1 | 0.489 | 345.027 | 0.000 ^a |
| Residual | 0.004 | 3 | 0.001 | | |
| Total | 0.494 | 4 | | | |



الشكل 1. تغير امتصاصية عياري الروتين مع تغير تركيزه.

يبين الجدول (6) تغير امتصاصية الخلاصات بدلالة تغير تراكيز المذيبات.

الجدول 6. تغير امتصاصية الخلاصات بدلالة تغير تراكيز المذيبات المستخدمة

| تركيز الفلافونويدات مقدراً بالميلي غرام في 1 غرام محسوبة على أساس الروتين | | |
|---|--------------------------------|-------------|
| جذور نبات القيصوم | الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم | الخلاصة |
| 20.59 | 40.79 | ميثانول 70% |
| 25.26 | 59.21 | إيثانول 80% |
| 15.25 | 36.48 | ميثانول |
| 18.40 | 38.39 | إيثانول |
| 5.57 | 7.31 | الكلوروفورم |
| 4.54 | 6.92 | هكسان |

لوحظ من الجدول السابق أن تركيز الفلافونويدات كان أكبر ما يمكن في الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم يليها الخلاصات الميثانولية 70% ثم الخلاصات الإيثانولية، فالميثانولية، أما خلاصتي الكلوروفورم، والهكسان فقد حصلت على تراكيز منخفضة مقارنة مع الخلاصات المدروسة في كل من الأجزاء الهوائية، والجذور في نبات القيصوم، وبالمقارنة مع نتائج (Georgieva et al., 2016) حيث قاموا بتحديد محتوى الفلافونويدات باستخدام HPLC وقد حقق الروتين في نبات القيصوم نتائج متقاربة من النتائج التي تم الحصول عليها.

5-تحديد فعالية إزالة الجذر الحر DPPH في مستخلص نبات القيصوم:

يستخدم الجذر الحر ل-1,1-ثنائي فينيل-2-بيكريل هيدرازيل، لتحديد مضادات الأكسدة في النباتات، ويرمز له بالرمز DPPH، والجدول (7) يبين تغير النسبة المئوية لإزالة DPPH بدلالة تغير تركيز حمض الاسكوريك.

الجدول 7. تغير النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر DPPH بدلالة تغير تركيز حمض الاسكوريك العياري

| النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر DPPH Scavenging of DPPH % | تركيز حمض الاسكوريك مقدر بـ mg/ml |
|---|--------------------------------------|
| 42.16 | 0.5mg/ml |
| 56.41 | 1mg/ml |
| 70.91 | 1.5mg/ml |
| 80.25 | 2mg/ml |

لوحظ من الجدول السابق أن النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· تزداد بازدياد تركيز محلول حمض أسكوربيك. يبين الجدول (8) تغير النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· بدلالة تغير تركيز خلاصة الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم. الجدول 8. تغير النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· بدلالة تغير تركيز خلاصة الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم

| النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· Scavenging of DPPH· % | | | | | | التركيز mg/ml |
|---|-----------|---------|---------|-------------|-------------|------------------|
| هكسان | كلوروفورم | إيثانول | ميثانول | إيثانول 80% | ميثانول 70% | |
| 7.73 | 9.82 | 21.84 | 20.01 | 22.81 | 24.51 | 0.5mg/ml |
| 18.74 | 20.17 | 36.14 | 35.24 | 42.34 | 40.60 | 1mg/ml |
| 24.19 | 25.92 | 55.03 | 51.54 | 63.63 | 65.41 | 1.5mg/ml |
| 33.82 | 36.47 | 70.22 | 65.75 | 74.36 | 78.42 | 2mg/ml |

لوحظ من الجدول (8) بأن أكبر نسبة مئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· من بين الخلاصات المدروسة للأجزاء الهوائية لنبات القيصوم كانت في خلاصة ميثانول 70% وبلغت 78.42%. وأشار التحليل الإحصائي للنتائج إلى وجود اختلافات معنوية عند مستوى 5% بين إزالة الجذر الحر لخلاصات الأجزاء الهوائية المدروسة مع اختلاف التراكيز.

يبين الجدول (9) تغير النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· بدلالة تغير تركيز جذور نبات القيصوم.

الجدول 9. تغير النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· بدلالة تغير تركيز جذور نبات القيصوم

| النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· Scavenging of DPPH· % | | | | | | التركيز mg/ml |
|---|-----------|---------|---------|-------------|-------------|------------------|
| هكسان | كلوروفورم | إيثانول | ميثانول | إيثانول 80% | ميثانول 70% | |
| 7.31 | 9.01 | 15.92 | 12.87 | 18.61 | 23.14 | 0.5mg/ml |
| 10.83 | 15.46 | 28.72 | 25.43 | 33.85 | 35.92 | 1mg/ml |
| 13.21 | 19.18 | 38.09 | 34.37 | 44.29 | 51.53 | 1.5mg/ml |
| 18.64 | 22.23 | 45.20 | 43.48 | 52.84 | 64.83 | 2mg/ml |

لوحظ من الجدول (9) بأن أكبر نسبة مئوية لإزالة الجذر الحر الـ DPPH· من بين الخلاصات المدروسة لجذور نبات القيصوم كانت في خلاصة الميثانول 70%، وقد بلغت 64.83%. وأشار التحليل الإحصائي للنتائج إلى وجود اختلافات معنوية عند مستوى 5% بين إزالة الجذر الحر لخلاصات الجذور المدروسة مع اختلاف التراكيز.

6- عزل مركب اللتيولين من الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم:

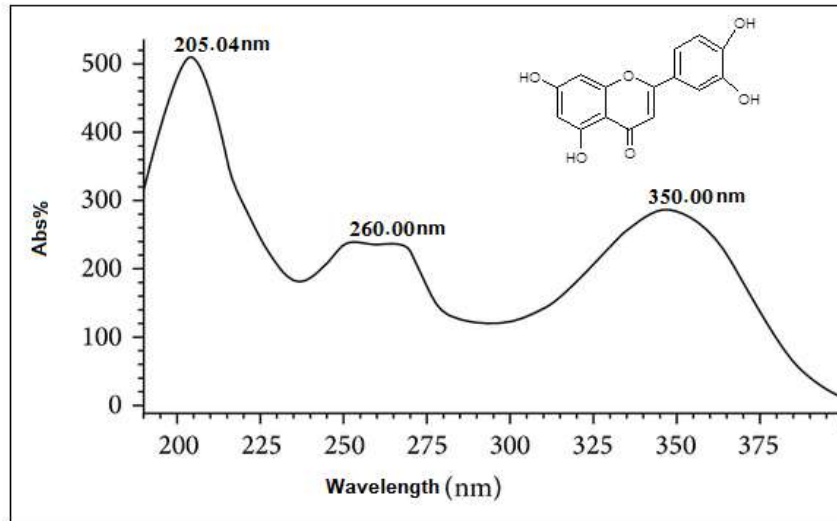
تم عزل اللتيولين بواسطة الشرائح التحضيرية الزجاجية المطلية بالسيليكا، باستخدام الطور المتحرك المؤلف من (إيثيل أسيتات: حمض الخل الثلجي: حمض النمل: ماء) بالنسب (2.6:1.2:1.2:10)، فكان $R_f=0.4$ وتم التأكد من نقاوة المركب باستخدام كروماتوغرافيا الطبقات الرقيقة، والشكل (2) يوضح ذلك.



الشكل 2. شريحة TLC لمركب التيولين القياسي، والتيولين المعزول من نبات القيصوم

1-6- طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية UV-VIS للتيولين:

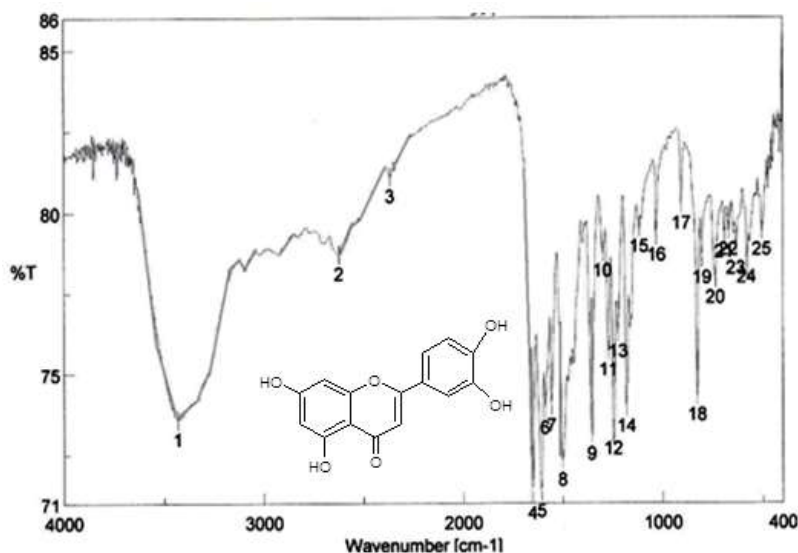
تم الحصول على طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمركب المعزول بتحضير محلول منه بتركيز 1mg/100ml باستخدام الميثانول كمحل، حيث تم تسجيل طيفه في المجال (200-400) nm، والشكل (3) يوضح ذلك، حيث تظهر ثلاث قمم امتصاص عند (205, 260, 350) nm.



الشكل 3. طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية UV-Vis للمركب المعزول

2-6- طيف الأشعة تحت الحمراء IR:

تم الحصول على طيف الأشعة تحت الحمراء IR للمركب المعزول بطريقة قرص بروميد البوتاسيوم KBr بنسبة (1.5:300)، والشكل (4) يوضح ذلك.



الشكل 4. طيف الأشعة تحت الحمراء IR للمركب المعزول

ويبين الجدول (10) امتصاص الزمر الوظيفية المميزة للمركب المعزول.

الجدول 10. امتصاص الزمر الوظيفية المميزة في المركب المعزول.

| رقم القمة | العدد الموجي cm^{-1} | الزمرة الوظيفية المميزة |
|-----------|-------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 3432.67 | امتصاص الرابطة -OH |
| 4 | 1652.7 | زمرة الكربونيل C=O |
| 5 | 1607.38 | الرابطة الأليفاتية C=C |
| 7 | 1557.2 | الرابطة C=C في الحلقة العطرية |
| 11 | 1270.8 | الوظيفة الفينولية C-O |
| 15.16 | 1117.5, 1030.7 | الرابطة C-O |
| 18 | 829.241 | انحناء خارج المستوي للرابطة C=C |

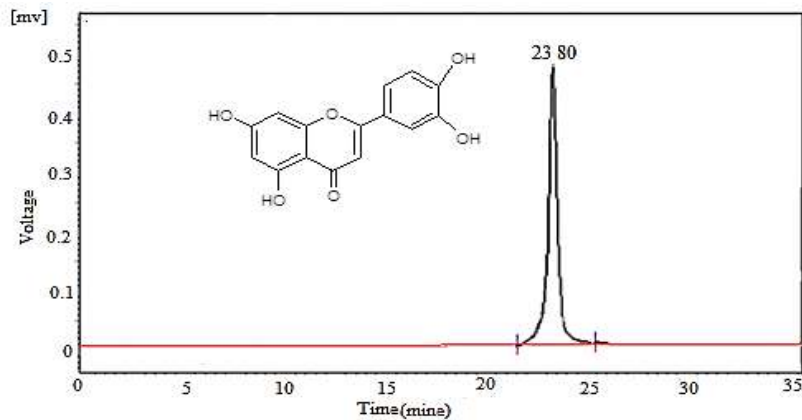
3-6- الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC:

حقن كل من مركب اللثيولين المعزول من الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم، ومركب اللثيولين القياسي، وتمت مطابقة كروماتوغرام المركب المعزول من حيث زمن الاحتفاظ مع كروماتوغرام المركب العياري، باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC، وذلك عن طريق تحديد الشروط الكروماتوغرافية التالية:

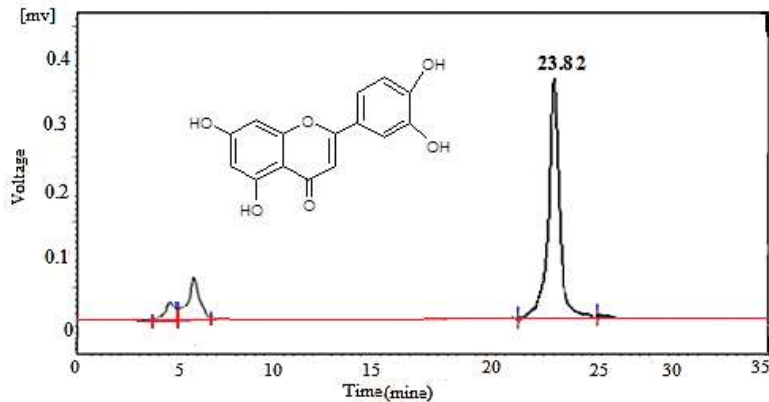
الطور المتحرك: ميثانول: ماء بنسبة (60:40v/v) (Zhang *et al.*, 2005)

العمود الكروماتوغرافي: C18 μ -Bondapak column (300 \times 4) mm، الكاشف: UV-250n، التدفق: 1.5ml/min.

كمية الحقن: 20 μ l. والشكلان (5) و (6) يوضحان ذلك.



الشكل 5. مرتسم مركب اللتيولين القياسي عند زمن الاحتفاظ 23.80



الشكل 6. مرتسم مركب اللتيولين المعزول عند زمن الاحتفاظ 23.82

الاستنتاجات:

- 1- تم استخدام مذيبات مختلفة القطبية في استخلاص المواد الفعالة من الأجزاء الهوائية، والجذور من نبات القيصوم، ولوحظ أن الإيثانول 80% والميثانول 70% من أفضل المذيبات لاستخلاص هذه المركبات في الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم، لذلك يفضل الاستخلاص بهذين المذيبين للحصول على أفضل النتائج عند إجراء دراسات أخرى على هذا النبات.
- 2- تم الكشف الكيميائي عن السكريات، والمواد العفصية، والصابونينات، في الخلاصات الإيثانولية 80%، من الأجزاء الهوائية والجذور لنبات القيصوم ولوحظ أن نتيجة الكشف عن السكريات، والمواد العفصية كانت إيجابية في كل من الأجزاء الهوائية، والجذور، أما بالنسبة للصابونينات فكانت نتيجة الكشف عنها إيجابية في خلاصة الأجزاء الهوائية، وسلبية في خلاصة جذور نبات القيصوم.
- 3- لوحظ أن محتوى الفلافونويدات قد حقق أكبر تركيز في الخلاصات الإيثانولية 80% للأجزاء الهوائية وجذور نبات القيصوم.
- 4- لوحظ أن النسبة المئوية لإزالة الجذر الحر DPPH[•] كانت الأكبر في خلاصة الميثانول 70% بالنسبة للأجزاء الهوائية، والجذور لنبات القيصوم، ويمكن القول بأن نبات القيصوم قد حقق فعالية مضادة للأكسدة جيدة مقارنةً مع حمض الاسكوربيك العياري.
- 5- تم عزل وتحديد مركب اللتيولين من مستخلص الأجزاء الهوائية لنبات القيصوم باستخدام التقنيات المطيافية والكروماتوغرافية (UV-IR-HPLC).

التوصيات:

ينصح بإجراء المزيد من الأبحاث، والدراسات الحيوية المعمقة على نبات القيصوم واثبات فعالية مركب اللتيولين المعزول كمضاد للأكسدة، ومضاد للبكتريا، والفطريات.

كلمة شكر:

يتقدم الباحث بالشكر لكلية العلوم، جامعة حلب، وللدكتور ملكي ساعور لتسهيل إجراء التحاليل اللازمة.

المراجع:

خليفة أنطوان بشارة (1998). النباتات صيدلية الطبيعة. المركز الثقافي العربي، دمشق. سورية. الطبعة الأولى، الجزء الأول. 360 صفحة.

العودات، محمد (2001). موسوعة التداوي بالنباتات الطبية. الأهالي للطباعة، والنشر، دمشق. سورية 445 صفحة.

مشنط، هيثم وقطاع أحمد (2009). النباتات الطبية والعطرية. الطبعة الأولى. منشورات مديرية الكتب والمطبوعات الجامعية، جامعة حلب سورية. 312 صفحة.

دعبول، إبراهيم وساعور ملكي والباشا ملاز (2014). عزل وتحديد الفعالية المضادة للأكسدة في نبات الطرخشقون (Dandelion الهندباء البرية) في سورية. مجلة بحوث جامعة حلب. 1-20.

Abramovic, H.; G. Blaz; P. Natasa; and C. Blaz (2018). Relevance and standardization of in vitro antioxidant assays: ABTS, DPPH, and Folin–Ciocalteu. Journal of Chemistry. 1-9.

Ajuru, M.; T. Williams; and G. Ajuru (2017). Qualitative and quantitative phytochemical screening of some plants used in Ethnomedicine in the Niger Delta Region of Nigeria. International Journal of Food Chemistry. 1(1): 7-1

Abrass, N.; R. Aleid; L. Al Amir; and R. Badr AlDeen (2015). Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oils of *Achillia falcata* L. (Asteraceae). International Journal of Pharm.Tech. Research. 7(1):41-46.

Ansari, A.H.; P. Kamleshiya; and V.G. Meshram (2012). Qualitative phytochemical screening of some ethanobotanically used Indian spices. Bionano., 5:2-11.

Ashutos, K. (2007). Pharma cognosy and Pharma cobiotechnology, New Age International, India. Pp 835.

Brown, A. (1980). Review of the genetic effects of naturally occurring flavonoid, anthraquinones and related compounds. Mutat. Res., 243-277.

Cheung, C. (2004). Total lipids extraction. Pharmacy and Pharmacology. 56: 77-80.

Dhanraj, N.B.; M.S. Kadam; K.N. Patil; and V.S. Mane (2013). Phytochemical screening and antibacterial activity of Western Region wild leaf *Colocasia esculenta*. International Research Journal of Biological Sciences. 2(10): 18-21.

Dogan, S.; M. Diken; and M. Dogan (2010). Antioxidant, phenolic and protein contents of some medicinal plants. Medicinal Plants Research. 4(23): 2566-2573.

- Georgieva, L.; A. Gadjalova; D. Mihaylova; and A. Pavlov (2016). *Achillea millefolium* L. – phytochemical profile and *in vitro* antioxidant activity. International Food Research Journal 22(4): 1347-1352.
- Jia Zhao, L.; L. Wei; X. Su-hui; and T.J. Tang (2018). Determination of total flavonoids contents and antioxidant activity of ginkgo biloba leaf by near-infrared reflectance method. International Journal of Analytical Chemistry.1-7.
- Joerg, H. (2004). British Pharmacopia. Stationary Office. 135-139.
- Motavalizadehkakhky, A.; A. Shafaghat; H. Zamani; H. Akhlaghi.; M. Mohammadhosseini; J. Mehrzad; and Z. Ebrahimi (2013). Compositions and the *in vitro* antimicrobial activities of the essential oils and extracts of two *Achillea* species from Iran. Journal of Medicinal Plants Research. 7: 1280-1292.
- Ngbele, J.; A. Yakubu; and A. Nyam (2008). Phytochemical screening for active compounds in *Canarium Schweinfurthii* (Atile) leaves from Jos North. Research Journal of Biological Sciences.11(39): 1076-1078.
- Radulovic, N.S.; P.D. Blagojevic; D. Skropeta; A. Zarubica; B.K. Zlatkovic.; and R.M. Palic (2010). Misidentification of Tansy, *Tanacetum macrophyllum*, as yarrow, *Achillea grandifolia*: a health risk or benefit. Nat. Prod. Commun., 5:121-127.
- Rajaei, N.; Kh. Pirali; S. Habibian; and H. Azizi (2016). Evaluation of lethal effect of aqueous and hydroalcoholic extracts of *Achillea talagonica* on the *Emeria maxima* oocysts *in vitro*. Spring-Summer. 11(1):111-124.
- Sengul, M.; H. Yildiz; N. Gungor; B. Cetin; Z. Eser; and S. Ercisli (2009). Total phenolic content, antioxidant and antimicrobial activities of some medicinal plants. Pak. J. Pharm. Souza, T.; M. Rangel; Pietro; R. Santos; and L. Moreira (2006). Phytochemical screening of *Achillea millefolium* harvested at Araraquara – SP. Rev. Bras. Pl. Med. 151-154.
- Vitalini, S.; G. Beretta; M. Iriti; S. Orsenigo; N. Basilico; and M. Iorizzi (2011). Phenolic compounds from *Achillea Millefolium* L. and Their Bioactivity. Acta Biochimica polonica., 58(2): 203-209.
- Waffa, A. (2013). Hypolipidemic and antioxidant activities of Anethum Graveolens against acetaminophen induced liver damage in rats. World Journal of Medical Sciences.8(4): 387-392.
- Zhanga, J.; J. Yanga; J. Duana; Z. Lianga; L. Zhanga; and Y. Huob (2005). Quantitative and qualitative analysis of flavonoids in leaves of *Adinandra Nitida* by high performance liquid chromatography with uv and electrospray ionization tandem mass spectrometry Detection. Analytica Chimica Acta., 532: 97–104.

Determination of Chemical Content, Antioxidant Efficacy and Isolation of Flavonoid Luteolin Compound from Syrian *Achillea Falcata* L.

Malaz AlBasha ^{*(1)}

(1). Department of Organic Chemistry, Faculty of Science, University of Aleppo, Aleppo, Syria.

(*Corresponding author: Dr. Malaz Albasha. E-Mail: malazalbasha9@gmail.com).

Received: 29/01/2019

Accepted: 12/04/2019

Abstract

The present study was conducted between the beginning of May to the end of August in 2017, where the plant was collected from the fields of Deir Al-Zour. The active components of the aerial parts and roots of *Achillea Falcata* L. were extracted using different solvents of methanol 70%, ethanol 80%, methanol 99.9%, ethanol 96%, chloroform 99.8% and hexane 98.5%. The ethanol 80% extracts achieved the highest extraction in both aerial parts and roots. Qualitative phytochemical screening of carbohydrates, tannins and saponin in previous extracts was done where the carbohydrates was presented in high concentrations in *Achillea Falcata* L. The content of flavonoids was determined and it was found that ethanol 80% extracts achieved the highest percentage in both aerial parts (59.21mg/g) and roots (25.26mg/g) of *Achillea Falcata* L. The total antioxidant activity was estimated by the DPPH radical scavenging activity and it was found that methanol 70% extracts achieved the highest percentage in both aerial parts (78.42%) and roots (64.83%) extracts of *Achillea Falcata* L. in comparison with other studied extracts. One compound was isolated and studied from *Achillea Falcata* L. extract which is Luteoline, by using spectroscopic and chromatographic methods (UV, IR and HPLC).

Key words: Antioxidant activity, *Achillea falcate* L., Active components, Ethanol extract, Methanol extract, Free radical DPPH.