

С. В. Колісник<sup>1</sup>, У. А. Умаров<sup>1</sup>, І. О. Журавель<sup>2</sup>, М. Фатхуллаєва<sup>3</sup>,  
Ю. С. Колісник<sup>1</sup>, А. С. Газієва<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Національний фармацевтичний університет Міністерства охорони здоров'я України

<sup>2</sup> Харківська медична академія післядипломної освіти, Україна

<sup>3</sup> Ташкентський фармацевтичний інститут, Узбекистан

## ДОСЛІДЖЕННЯ ЛЕТКОЇ ФРАКЦІЇ ТРАВИ АНІСУ ЗВИЧАЙНОГО

**Актуальність.** Аніс звичайний широко застосовується в народній медицині і фармацевтичній промисловості. Дослідження летких сполук цієї рослини стосується в основному плодів та насіння, даних з вивчення трави недостатньо.

**Мета роботи** – вивчення якісного складу та кількісного вмісту компонентів леткої фракції трави анісу звичайного.

**Матеріали та методи.** Для аналізу використовували траву анісу звичайного, заготовлену влітку 2019 року в м. Харкові. Хроматографічне розділення проводили на газовій хромато-мас-спектрометричній системі Agilent 6890N/5973inert (Agilent technologies, USA). Ідентифікацію сполук проводили з використанням бібліотеки мас-спектрів NIST 02. Кількісний аналіз проводили шляхом додавання розчину внутрішнього стандарту в досліджувані проби.

**Результати та їх обговорення.** Встановлено наявність 11 компонентів, загальний вміст яких становить 3,41 мг/г. У леткій фракції трави анісу звичайного переважають транс-анетол (1,10 мг/г), ізоєвгенолу ацетат (0,91 мг/г) і телунганін G (0,84 мг/г). На відміну від ефірної олії плодів і насіння анісу звичайного, де вміст транс-анетолу складає 90-96 %, у траві його знаходиться практично в 3 рази менше – 33,26 %.

**Висновки.** Методом газової хроматографії досліджено якісний склад та кількісний вміст компонентів леткої фракції трави анісу звичайного. Ідентифіковано 11 сполук, серед яких із вмістом 33,26 % домінує транс-анетол.

**Ключові слова:** ефірні олії; аніс звичайний; трава; газова хроматографія; мас-спектрометрія

S. Kolisnyk<sup>1</sup>, U. Umarov<sup>1</sup>, I. Zhuravel<sup>2</sup>, M. Fatkhullaeva<sup>3</sup>, Yu. Kolisnyk<sup>1</sup>, A. Gazieva<sup>3</sup>

<sup>1</sup> National University of Pharmacy of the Ministry of Health of Ukraine

<sup>2</sup> Kharkiv Medical Academy of Postgraduate Education, Ukraine

<sup>3</sup> Tashkent Pharmaceutical Institute, Uzbekistan

### Study of volatile fraction of *Pimpinella anisum* herb

**Topicality.** *Pimpinella anisum* is widely used in folk medicine and pharmaceutical industry. The study of volatile compounds of this plant is aimed mainly at fruits and seeds, and there is insufficient data on the study of herbs.

**Aim.** To study the qualitative composition and quantitative content of the components of the volatile fraction of the *Pimpinella anisum* herb.

**Materials and methods.** For the analysis, we used *Pimpinella anisum* herb harvested in Kharkiv, in summer, 2019. Chromatographic separation performed on an Agilent 6890N/5973inert gas chromatography – mass spectrometric system (Agilent technologies, USA). Compounds have been identified using the NIST 02 mass spectra library. Quantitative analysis has been performed by adding an internal standard solution to the test samples.

**Results and discussion.** The presence of 11 components has been established, the total content of which is 3.41 mg/g. The volatile fraction of the *Pimpinella anisum* herb is dominated by trans-anethole (1.10 mg/g), isoeugenol acetate (0.91 mg/g) and thellungianin G (0.84 mg/g). Unlike fruits and seeds of *Pimpinella anisum*, where the content of trans-anethole is 90-96 %, in the herbs it is almost 3 times less – 33.26 %.

**Conclusions.** The qualitative composition and quantitative content of the components of volatile fraction of *Pimpinella anisum* herb have been investigated by the method of gas chromatography-mass spectrometry; 11 compounds were identified, among which trans-anethole dominates with a content of 33.26 %.

**Key words:** essential oils; *Pimpinella anisum*; herb; gas chromatography; mass spectrometry

С. В. Колесник<sup>1</sup>, У. А. Умаров<sup>1</sup>, И. А. Журавель<sup>2</sup>, М. Фатхуллаева<sup>3</sup>, Ю. С. Колесник<sup>1</sup>, А. С. Газиева<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Национальный фармацевтический университет Министерства здравоохранения Украины

<sup>2</sup> Харьковская медицинская академия последипломного образования, Украина

<sup>3</sup> Ташкентский фармацевтический институт, Узбекистан

### Исследование летучей фракции травы аниса обыкновенного

**Актуальность.** Анис обыкновенный широко применяется в народной медицине и фармацевтической промышленности. Исследование летучих соединений этого растения направлено в основном на плоды и семена, а данных по изучению травы недостаточно.

**Цель** данного исследования – изучение качественного состава и количественного содержания компонентов летучей фракции травы аниса обыкновенного.

**Матеріали і методи.** Для аналізу використовували траву аніса обыкновенного, заготовлену летом 2019 года в г. Харькове. Хроматографическое разделение проводили на газовой хромато-масс-спектрометрической системе Agilent 6890N/5973inert (Agilent technologies, USA). Идентификацию соединений проводили с использованием библиотеки масс-спектров NIST 02. Количественный анализ проводили путем добавления раствора внутренне-го стандарта в исследуемые пробы.

**Результаты и их обсуждение.** Установлено наличие 11 компонентов, общее содержание которых составляет 3,41 мг/г. В летучей фракции травы аніса обыкновенного преобладают транс-анетол (1,10 мг/г), изозв-генола ацетат (0,91 мг/г) и теллунгианин G (0,84 мг/г). В отличие от плодов и семян аніса обыкновенного, где содержание транс-анетола составляет 90-96 %, в траве его практически в 3 раза меньше – 33,26 %.

**Выводы.** Методом газовой хромато-масс-спектрометрии исследованы качественный состав и количественное содержание компонентов летучей фракции травы аніса обыкновенного. Идентифицировано 11 соединений, среди которых с содержанием 33,26 % доминирует транс-анетол.

**Ключевые слова:** эфирные масла; анис обыкновенный; трава; газовая хроматография; масс-спектрометрия

## ВСТУП

Багато рослин мають специфічний запах за рахунок наявності речовин, що володіють сильною летючістю і названими з цієї причини ефірними оліями. Ефірні олії нічого спільного не мають з жирними оліями, крім зовнішньої ознаки - маслянистої консистенції і здатності залишати на папері «жирну» пляму, яка швидко зникає. Ефірні олії в рослинах знаходяться зазвичай у вільному стані, однак у деяких рослинах вони містяться у формі глікозидів і вивільнюються тільки в результаті ферментативного розщеплення останніх. Ефірні олії утворюються у всіх частинах рослин, але кількісний розподіл їх у рослині не однаковий. У більшості випадків місце їх найбільшого вмісту – це листя, квітки, плоди і коріння (кореневища).

Хімічно ефірні олії являють собою багату суміш численних біоактивних хімічних компонентів, таких як терпени, терпеноїди та феноли [1]. Ефірні олії виконують багато важливих функцій для рослин: залучення корисних комах і запилювачів, захист рослин від деяких стресів навколишнього середовища (спеки, холоду тощо) та захист рослин від шкідників і/або мікроорганізмів [2]. Вони володіють антимікробною, протигрибковою, антиоксидантною, противірусною, інсектицидною активністю [3].

В цілому ідентифіковано більше 3000 типів ефірних олій, з яких 300 мають промислове значення для застосування в харчовій промисловості [4]. Їх також широко використовують у косметичі (парфумерії та засобах макіяжу), в сільському господарстві (біопестицидах і репелентах), в санітарно-гігієнічних продуктах (ароматизаторах для побутових миючих засобів) і як натуральні засоби в ароматерапії.

Однією з ефіроолійних рослин, що відносяться до родини *Ariaceae*, є аніс звичайний. Насіння анісу звичайного містить 2-6 % ефірної і 9,8-11,6 % жирної олії [5], а також значну кількість фенольних сполук [6]. Плоди містять ефірну олію, гідроксикоричні кислоти, флавоноїди та їх глікозиди [7].

Транс-анетол (1-метокси-4-(1-пропеніл)-бензол) – ключовий компонент, що забезпечує ароматичні і підсолоджуючі властивості анісу і підсилює протикашльову, спазмолітичну, відхаркувальну, сечогінну дію ефірної олії [8-10].

Відомостей про дослідження летких сполук трави анісу звичайного в доступній нам літературі не знайдено, тому **метою** даного дослідження стало вивчення якісного складу та кількісного вмісту компонентів леткої фракції трави анісу звичайного.

## МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ

Для аналізу використовували траву анісу звичайного, заготовлену влітку 2019 року в м. Харкові.

Наважку рослинної сировини, розтертої до порошкоподібного стану, поміщали в скляну колбу та додавали 10-20 мл деіонізованої води та 1,0 мл тетрадекану (0,1 мг/мл) в якості внутрішнього стандарту. Колбу під'єднували до зворотного холодильника, отвір закривали стерильною ватою. Суміш ретельно перемішували та поміщали на ультразвукову баню з підігрівом. Нагрівання регулювали так, щоб теплою залишалася нижня третина холодильника. Екстрагування летких сполук проводили впродовж 2 годин. Отримані леткі сполуки змивали зі стінок холодильника 6,0 мл гексану. Гексановий екстракт упарювали до кінцевого об'єму 1,0 мл. Аліквоту екстракту (1,0 мл) використовували для хроматографічного дослідження.

Хроматографічне розділення проводили на газовій хромато-мас-спектрометричній системі Agilent 6890N/5973inert (Agilent technologies, USA). Колонка капілярна HP-5ms (30 m × 0,25 mm × 0,25 mkm, Agilent technologies, USA). Температура випаровувача – 250 °C, температура інтерфейсу – 280 °C. Розділення проводили в режимі програмування температури – початкову температуру 60 °C витримували впродовж 2 хв, підвищували з градієнтом 5 °C/хв до 300 °C. Кінцеву температуру витримували впродовж 6 хв. Пробу об'ємом 2 мкл вводили в режимі поділу потоку 1:50. Детектування проводили в режимі SCAN в діапазоні (38-400 m/z). Швидкість потоку газу-носія через колонку – 1,0 мл/хв. Ідентифікацію сполук проводили з використанням бібліотеки мас-спектрів NIST 02. Кількісний аналіз проводили шляхом додавання розчину внутрішнього стандарту в досліджувані проби.

Вміст летких сполук визначали за формулою:

$$X = \frac{S_x \cdot m_{\text{вст}} \cdot 1000}{S_{\text{вст}} \cdot m}$$

де:  $m_{\text{вст}}$  – маса внутрішнього стандарту на пробу;  $m$  – маса наважки сировини;  $S_x$  – площа досліджуваної речовини;  $S_{\text{вст}}$  – площа внутрішнього стандарту.

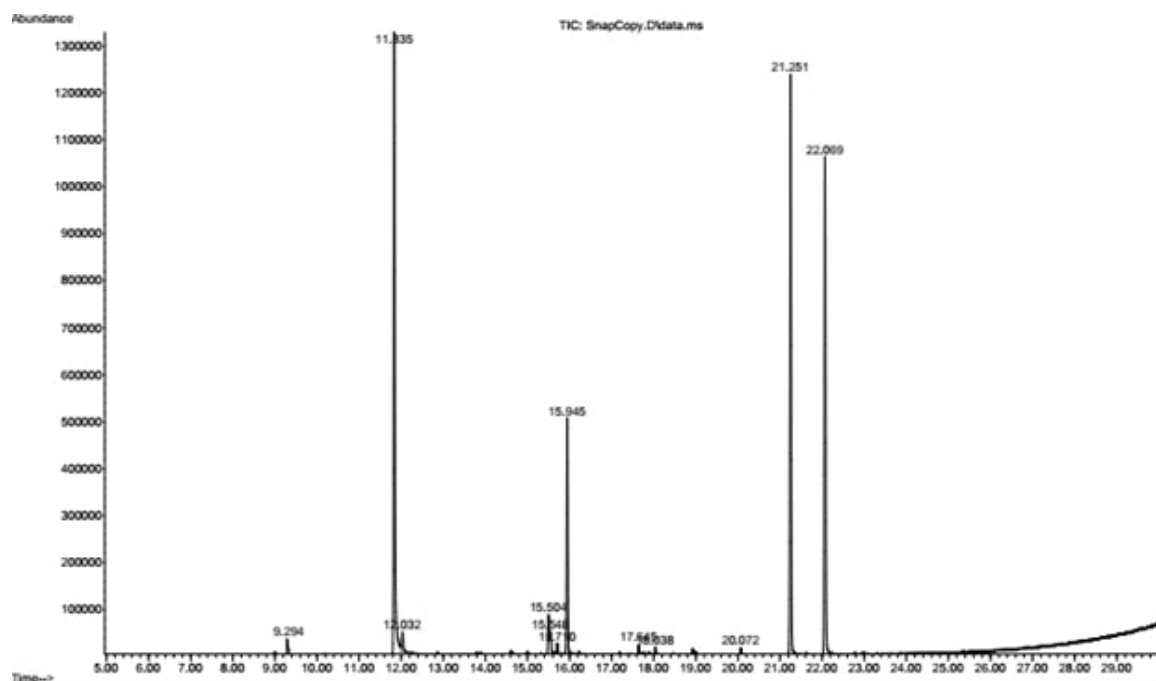


Рис. Газова хроматограма компонентів леткої фракції трави анісу звичайного

Таблиця

#### КОМПОНЕНТИ ЛЕТКОЇ ФРАКЦІЇ ТРАВИ АНІСУ ЗВИЧАЙНОГО

Сполука	Час утримання, хв	Площа піку	Вміст в мг/г
Бутанамін-2	9,294	0,69	0,02
Транс-анетол	11,835	32,20	1,10
Тридекан	12,032	Внутрішній стандарт	
γ-хімахален	15,504	2,01	0,07
β-кубебен	15,548	1,13	0,04
α-зінгіберен	15,710	0,56	0,02
β-бісаболен	15,945	10,86	0,37
1-(2,6-Диметилфеніл)-2-пропанамін	17,645	0,54	0,02
Ксантуренова кислота	18,038	0,42	0,01
Транс-ізоєвгенол	20,072	0,42	0,01
Ізоєвгенолу ацетат	21,251	26,53	0,91
Телунгіанін G	22,069	24,66	0,84
<b>Сума</b>			<b>3,41 мг/г</b>

#### РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Газова хроматограма компонентів леткої фракції трави анісу звичайного представлена на рисунку. На хроматограмі домінують піки транс-анетолу, ізоєвгенолу ацетату та телунгіаніну G.

В таблиці представлено вміст компонентів леткої фракції трави анісу звичайного.

Встановлено наявність 11 компонентів, загальний вміст яких становить 3,41 мг/г. В леткій фракції трави анісу звичайного переважають транс-анетол (1,10 мг/г), ізоєвгенолу ацетат (0,91 мг/г) і телунгіанін G (0,84 мг/г). На відміну від ефірної олії плодів і насіння анісу звичайного [6, 7], де вміст транс-ане-

толу складає 90-96 %, у траві його знаходиться практично в 3 рази менше – 33,26 %. Даним дослідженням не встановлено в траві анісу наявності характерних для плодів компонентів – метилхавіколу і псевдоєвгенол-2-метилбутирату.

#### ВИСНОВКИ

Методом газової хроматографії досліджено якісний склад та кількісний вміст компонентів леткої фракції трави анісу звичайного. Ідентифіковано 11 сполук, серед яких із вмістом 33,26 % домінує транс-анетол.

**Конфлікт інтересів:** відсутній.

## ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ ІНФОРМАЦІЇ

1. Voon C. H., Bhat R., Rusul G. Flower extracts and their essential oils as potential antimicrobial agents for food uses and pharmaceutical applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 2012. Vol. 11, № 1. P. 34-55. DOI: 10.1111/j.1541-4337.2011.00169.x (Date of access: 15.07.2020).
2. Essential Oils' Chemical Characterization and Investigation of Some Biological Activities: A Critical Review / W. Dhifi et al. *Medecines*. 2016. Vol. 3, № 4. P. 1-16. DOI:10.3390/medicines3040025 (Date of access: 15.07.2020).
3. Essential Oils Antimicrobials in Food Systems—A Review / J. R. Calo et al. *Food Control*. 2014. Vol. 54. P. 111-119. DOI: 10.1016/j.foodcont.2014.12.040.
4. Biological effects of essential oils - a review / F. Bakkali et al. *Food and Chemical Toxicology*. 2008. Vol. 46, № 2. P. 446-475. DOI: 10.1016/j.fct.2007.09.106 (Date of access: 15.07.2020).
5. Christaki E. V., Bonos E. M., Florou-Paneri P. C. Use of anise seed and/or  $\alpha$ -tocopheryl acetate in laying Japanese quail diets. *South African Journal of Animal Science*. 2011. Vol. 41, № 2. P. 126-133. DOI:10.4314/sajas.v41i2.71016 (Date of access: 15.07.2020).
6. Comparative assessment of phytochemical profiles and antioxidant properties of Tunisian and Egyptian anise (*Pimpinella anisum* L.) seeds / I. B. Rebey et al. *Plant Biosystems – An International Journal Dealing with all Aspects of Plant Biology*. 2017. Vol. 152, № 5. P. 971-978. DOI:10.1080/11263504.2017.1403394 (Date of access: 15.07.2020).
7. Valorizing overlooked local crops in the era of globalization: the case of aniseed (*Pimpinella anisum* L.) from Castignano (central Italy) / R. Iannarelli et al. *Industrial Crops and Products*. 2017. Vol. 104. P. 99-110. DOI:10.1016/j.indcrop.2017.04.028 (Date of access: 15.07.2020).
8. Anti-inflammatory effects of anethole in lipopolysaccharide-induced acute injury in mice / P. Kang et al. *Life Sciences*. 2013. Vol. 93, № 24. P. 955-961. DOI:10.1016/j.lfs.2013.10.014 (Date of access: 15.07.2020).
9. Shojaii A., Ford M. A. Review of Pharmacological Properties and Chemical Constituents of *Pimpinella Anisum*. *ISRN Pharmaceutics*. 2012. P. 1-8. DOI:10.5402/2012/510795 (Date of access: 15.07.2020).
10. Idolo M., Motti R., Mazzoleni S. Ethnobotanical and phytomedicinal knowledge in a long-history protected area, the Abruzzo, Lazio and Molise National Park (Italian Apennines). *Journal of Ethnopharmacology*. 2010. Vol. 127, № 2. P. 379-395. DOI: 10.1016/j.jep.2009.10.027 (Date of access: 15.07.2020).

## REFERENCES

1. Voon, H. C., Bhat, R., Rusul, G. (2011). Flower extracts and their essential oils as potential antimicrobial agents for food uses and pharmaceutical applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11 (1), 34–55. doi:10.1111/j.1541-4337.2011.00169.x.
2. Dhifi, W., Bellili, S., Jazi, S., Bahloul, N., Mnif, W. (2016). Essential Oils' Chemical Characterization and Investigation of Some Biological Activities: A Critical Review. *Medecines*, 3 (4), 25. doi:10.3390/medicines3040025.
3. Calo, J. R., Crandall, P. G., O'Bryan, C. A., Ricke, S. C. (2015). Essential Oils Antimicrobials in Food Systems—A Review. *Food Control*, 54, 111–119. doi:10.1016/j.foodcont.2014.12.040.
4. Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils - a review. *Food and Chemical Toxicology*, 46 (2), 446–475. doi:10.1016/j.fct.2007.09.106.
5. Christaki, E., Bonos, E., Florou-Paneri, P. (2011). Use of anise seed and/or  $\alpha$ -tocopheryl acetate in laying Japanese quail diets. *South African Journal of Animal Science*, 41 (2). doi:10.4314/sajas.v41i2.71016.
6. Rebey, I. B., Bourgou, S., Wannas, W. A., Selami, I. H., Tounsi, M. S., Marzouk, B., Ksouri, R. (2017). Comparative assessment of phytochemical profiles and antioxidant properties of Tunisian and Egyptian anise (*Pimpinella anisum* L.) seeds. *Plant Biosystems – An International Journal Dealing with All Aspects of Plant Biology*, 152 (5), 971–978. doi:10.1080/11263504.2017.1403394.
7. Iannarelli, R., Caprioli, G., Sut, S., Dall'Acqua, S., Fiorini, D., Vittori, S., Maggi, F. (2017). Valorizing overlooked local crops in the era of globalization: the case of aniseed (*Pimpinella anisum* L.) from Castignano (central Italy). *Industrial Crops and Products*, 104, 99–110. doi:10.1016/j.indcrop.2017.04.028.
8. Kang, P., Kim, K. Y., Lee, H. S., Min, S. S., Seol, G. H. (2013). Anti-inflammatory effects of anethole in lipopolysaccharide-induced acute injury in mice. *Life Sciences*, 93 (24), 955–961. doi:10.1016/j.lfs.2013.10.014.
9. Shojaii, A., Fard, M. A. (2012). Review of Pharmacological Properties and Chemical Constituents of *Pimpinella Anisum*. *ISRN Pharmaceutics*. doi:10.5402/2012/510795.
10. Idolo, M., Motti, R., Mazzoleni, S. (2010). Ethnobotanical and phytomedicinal knowledge in a long-history protected area, the Abruzzo, Lazio and Molise National Park (Italian Apennines). *Journal of Ethnopharmacology*, 127 (2), 379–395. doi:10.1016/j.jep.2009.10.027.

**Відомості про авторів:**

Колісник С. В., доктор фармацевт. наук, професор кафедри аналітичної хімії, Національний фармацевтичний університет Міністерства охорони здоров'я України. E-mail: s\_kolesnik@nuph.edu.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4920-6064>  
Умаров У. А., аспірант кафедри аналітичної хімії, Національний фармацевтичний університет Міністерства охорони здоров'я України. E-mail: ulugbekumarov08@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8981-5908>  
Журавель І. О., докторка хім. наук, професорка, завідувачка кафедри клінічної біохімії, судово-медичної токсикології та фармації, Харківська медична академія післядипломної освіти. E-mail: irina.tox@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6558-1916>  
Фатхуллаєва М., кандидатка хім. наук, доцентка, завідувачка кафедри аналітичної хімії, Ташкентський фармацевтичний інститут. E-mail: fatxullayeva64@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7138-0501>  
Колісник Ю. С., кандидатка фармацевт. наук, асистентка кафедри аналітичної хімії, Національний фармацевтичний університет Міністерства охорони здоров'я України. E-mail: analitikkjs@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6057-3447>  
Газієва А. С., асистентка кафедри аналітичної хімії, Ташкентський фармацевтичний інститут. E-mail: aziza\_analitik@mail.ru

**Information about authors:**

Kolisnyk S., Doctor of Pharmaceutical Sciences, Professor of the Department of Analytical Chemistry, National University of Pharmacy of the Ministry of Health of Ukraine. E-mail: s\_kolesnik@nuph.edu.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4920-6064>  
Umarov U., Postgraduate Student of the Department of Analytical Chemistry, National University of Pharmacy of the Ministry of Health of Ukraine. E-mail: ulugbekumarov08@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8981-5908>  
Zhuravel I., Doctor of Chemical Sciences, Professor, Head of the Department of Clinical Biochemistry, Forensic Toxicology and Pharmacy, Kharkiv Medical Academy of Postgraduate Education. E-mail: irina.tox@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6558-1916>  
Fatkhullaeva M., PhD in Chemistry, Associate Professor, Head of the Department of Analytical Chemistry, Tashkent Pharmaceutical Institute. E-mail: fatxullayeva64@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7138-0501>  
Kolisnyk Yu., PhD, Assistant of the Department of Analytical Chemistry, National University of Pharmacy of the Ministry of Health of Ukraine. E-mail: analitikkjs@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6057-3447>  
Gazieva A. S., Assistant of the Department of Analytical Chemistry, Tashkent Pharmaceutical Institute. E-mail: aziza\_analitik@mail.ru

**Сведения об авторах:**

Колесник С. В., доктор фармацевт. наук, профессор кафедры аналитической химии, Национальный фармацевтический университет Министерства здравоохранения Украины. E-mail: s\_kolesnik@nuph.edu.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4920-6064>  
Умаров У. А., аспирант кафедры аналитической химии, Национальный фармацевтический университет Министерства здравоохранения Украины. E-mail: ulugbekumarov08@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8981-5908>  
Журавель И. А., доктор хим. наук, профессор, заведующая кафедрой клинической биохимии, судебно-медицинской токсикологии и фармации. Харьковская медицинская академия последипломного образования. E-mail: irina.tox@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6558-1916>  
Фатхуллагаева М., кандидат хим. наук, доцент, заведующая кафедрой аналитической химии, Ташкентский фармацевтический институт. E-mail: fatxullayeva64@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7138-0501>  
Колесник Ю. С., кандидат фармацевт. наук, ассистент кафедры аналитической химии, Национальный фармацевтический университет Министерства здравоохранения Украины. E-mail: analitikkjs@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6057-3447>  
Газиева А. С., ассистент кафедры аналитической химии, Ташкентский фармацевтический институт. E-mail: aziza\_analitik@mail.ru

Надійшла до редакції 15.07.2020 р.