

УДК 615.322

СКРИНИНГ ПАРАМЕТРОВ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ЦВЕТОВ БАРХАТЦЕВ РАСПРОСТЕРТЫХ (*TAGETES PATULA*) И ОЦЕНКА АНТИОКСИДАНТНОЙ АКТИВНОСТИ ИХ ВОДНЫХ ЭКСТРАКТОВ*

© *К.Ш. Казимова^{1**}, Ф.Ю. Ахмадуллина², А.Н. Акулов³, Ю.В. Щербакова², Е.Н. Никитин¹*

¹ *Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова ФИЦ Казанский научный центр РАН, ул. Акад. Арбузова, 8, Казань, 420088, Россия, samilakazimova@yandex.ru*

² *Казанский национальный исследовательский технологический университет, ул. Карла Маркса, 68, Казань, 420015, Россия*

³ *Казанский институт биохимии и биофизики Казанский научный центр РАН, ул. Лобачевского, 2/31, Казань, 420111, Россия*

Изучено влияние различных технологических факторов на эффективность экстрагирования водорастворимых экстрактивных веществ из сухих соцветий бархатцев распростертых (*Tagetes patula*), включая температуру, интенсивность перемешивания, гидромодуль, продолжительность экстрагирования. Установлен рациональный режим процесса экстрагирования на основании приведенных характеристик интегральной антиоксидантной активности водных фитоэкстрактов, соотнесенной к единице выделившихся экстрактивных веществ в каждом эксперименте. Величину интегральной антиоксидантной активности определяли методом кулонометрического титрования электрогенерированным бромом при использовании рутина в качестве стандарта. Лучшие результаты (71–75 мг/100 мл экстракта) были получены при следующих условиях ведения процесса: температура – 70 °С, интенсивность перемешивания – 500 об./мин, гидромодуль – 1 : 300, размер частиц фитосырья – 5 мм и продолжительность экстрагирования – 90 мин. ВЭЖХ-анализ водного экстракта соцветий бархатцев выявил наличие двух групп фенольных соединений: фенольных кислот и флавоноидов. Среди фенольных кислот были идентифицированы галловая, хлорогеновая, кофейная, кумаровая, феруловая и синаповая, а также флавоноиды рутин и кверцетин.

Ключевые слова: экстракция, *Tagetes patula*, технологические факторы, водные фитоэкстракты, антиоксидантная активность, ВЭЖХ-анализ.

Для цитирования: Казимова К.Ш., Ахмадуллина Ф.Ю., Акулов А.Н., Щербакова Ю.В., Никитин Е.Н. Скрининг параметров извлечения биологически активных веществ из цветов бархатцев распростертых (*Tagetes patula*) и оценка антиоксидантной активности их водных экстрактов // Химия растительного сырья. 2024. №3. С. 250–258. DOI: 10.14258/jcprm.20240313383.

Введение

Укрепление здоровья населения в современных условиях – напряженный жизненный ритм и сложная экологическая обстановка в условиях мегаполисов – является приоритетной задачей для обеспечения национального благополучия любой страны. В связи с этим растет спрос на функциональные продукты питания с использованием натуральных ингредиентов-корректоров, а также биологически активных средств, способствующих повышению защитной системы человека и отличающихся безвредностью [1, 2]. Этим требованиям, в первую очередь, отвечают препараты на основе фитосырья из-за отсутствия побочных эффектов и комплексного благотворного воздействия на организм, благодаря высокому биохимическому потенциалу. Пищевые продукты, обогащенные ими, могут быть использованы для профилактики многих заболеваний,

* Данная статья имеет электронный дополнительный материал (приложение), который доступен читателям на сайте журнала. DOI: 10.14258/jcprm.20240313383s

** Автор, с которым следует вести переписку.

снижая уровень оксидативного стресса, связанного с интенсивным развитием свободно-радикальных процессов в организме, что объясняет тенденцию роста исследовательской активности в области целенаправленного поиска новых источников растительного сырья, обладающего высокой антиоксидантной и антирадикальной активностью [3].

Рынок лекарственных растений и фитопрепаратов на их основе ежегодно растет примерно на 15% [4].

Для расширения ассортимента биологически активных средств повышенное внимание уделяется изучению нетрадиционных отечественных культур растительного происхождения, отличающихся (характеризующихся) потенциальной биологической активностью, высокой динамикой роста, неприхотливостью, что актуально при разработке и дальнейшем промышленном производстве биопрепаратов, в том числе экстрактов на их основе.

Данным критериям отвечают бархатцы распростертые (*Tagetes patula*), настои и отвары которых нашли применение в народной, но не в официальной медицине, благодаря, по-видимому, богатой системе биологически активных веществ различной природы [5].

Среди ее составляющих наиболее значимы флавоноиды, антиокислительные свойства которых, малая токсичность, многофункциональность действия, обусловили антиоксидантную, гепатопротекторную, противовоспалительную, гастропротекторную, антимикробную, противогрибковую активность препаратов на основе соцветий бархатцев распростертых [6].

Несмотря на немногочисленность работ, посвященных исследованиям химического состава этого фитосырья, на сегодняшний день доказано наличие таких биофлавоноидов, как рутина, кверцетин, дигидрокверцетин, робинина, лютеолин-7-глюкозида, ветексина, гиперозида и апегенина, а также специфичных для растений рода *Tagetes* соединений этого класса – патулетина и патулитрана, для которых разработан способ их получения из растительного сырья [6–9].

Препараты на основе последних оказывают более сильное положительное действие на процессы желчеобразования и желчевыделения по сравнению с лекарственным препаратом «Карсил» [10]. Определение аминокислотного [11] и витаминного [12] составов, а также содержания макро- и микроэлементов [11], характерных для извлечений соцветий бархатцев распростертых (*Tagetes patula*), подтвердило необходимость изучения их биологической активности с целью создания новых перспективных препаратов лечебной и лечебно-профилактической направленности.

Однако с учетом фактора сезонности при сборе фитосырья возникает вопрос об эффективном методе консервации, позволяющем обеспечить максимально возможную сохранность его качества. Согласно литературным данным, большинство исследователей отдает предпочтение сушке в мягких условиях с последующим извлечением и идентификацией биологически активных веществ из различных фракций растительного сырья [13, 14], полученных экстракцией при использовании различных экстрагентов. Однако экстракция, как любой массообменный процесс, зависит от ряда технологических параметров, включая степень извлечения сырья, соотношение фитосырья и экстрагента, интенсивности перемешивания, температуры процесса, продолжительности экстрагирования и др., знание которых необходимо для обеспечения (достижения) более глубокого извлечения ценных компонентов из растительного сырья.

Цель настоящей работы – исследование рациональных условий извлечения биологически активных веществ из цветов бархатцев распростертых (*Tagetes patula*) и оценка антиоксидантной активности их водных экстрактов.

Экспериментальная часть

Получение водных экстрактов. Экспериментальные исследования проводили, используя в качестве фитосырья сушеные соцветия бархатцев распростертых (*Tagetes patula*). Консервацию последних осуществляли в естественных условиях методом воздушно-теневого сушки [14]. Водные экстракты из соцветий бархатцев получали методом однократной мацерации с перемешиванием [15, 16] в условиях варьирования технологическими параметрами с целью определения оптимального режима процесса экстрагирования: продолжительность (τ , мин) – 60, 90, 120; температура (t , °C) – 60, 70, 80; интенсивность перемешивания (ω , об./мин) – 300, 500, 700; соотношение фитосырья и экстрагента, или гидромодуль (ГМ) – 1 : 50, 1 : 75, 1 : 100, 1 : 200, 1 : 300, 1 : 350. Во всех экспериментах фракционный состав фитосырья был неизменным ($d - 5$ мм). В качестве экстрагента использовали дистиллированную воду.

Эффективность процесса экстракции оценивали по приведенному показателю, определяемому как отношение интегральной антиоксидантной активности к 1 сухого остатка (ИААпр, мг/г) [17], характерных для каждого экстракта. Определение сухого остатка, или абсолютно сухого вещества (АСВ), осуществляли стандартным весовым методом [18].

Кулонометрическое титрование электрогенерированным бромом. В основе метода лежит взаимодействие исследуемого образца с электрогенерированным титрантом, генерацию которого осуществляли на кулонометре «Эксперт-006» ((НПК ООО «Эконикс-Эксперт», г. Москва) из 0.2 М раствора бромида калия в 0.1М водном растворе серной кислоты на платиновом электроде при постоянной силе тока 5.0 мА. Конечную точку титрования фиксировали амперометрически по достижению индикаторным током первоначального значения. Прибор выдает значение интегральной антиоксидантной активности (мг/100 мл экстракта) по рутину [19].

Колориметрический метод определения антирадикальной активности с использованием реактива 2,2-дифенил-1-пикрилгидразила. В основе метода лежит восстановление свободного радикала 2,2-дифенил-1-пикрилгидразила (DPPH) антиоксидантами фитоэкстрактов, что сопровождается изменением окраски реакционного раствора [20, 21].

В пробирки помещали 0.25 мл растительного экстракта, 1.75 мл 80% этанола, 2 мл спиртового раствора 2,2-дифенил-1-пикразила (0.2 мМ). В контрольную пробирку вместо экстракта добавляли 80% этанол.

Пробирки хорошо встряхивали и оставляли на 30 мин в темноте при комнатной температуре, после чего измеряли оптическую плотность при длине волны 517 нм на спектрофотометре ПЭ-5400ВИ (ООО «ЭКРОСХИМ», Санкт-Петербург) в кювете толщиной слоя жидкости 10 мм. В кювету сравнения помещали этиловый спирт.

По полученным данным рассчитывали процент ингибирования 2,2-дифенил-1-пикрилгидразила:

$$\% \text{ ингибирования DPPH} = 100 \cdot (D_k - D_0) / D_k,$$

где D_k – оптическая плотность раствора в отсутствии антиоксидантов (контроль); D_0 – оптическая плотность раствора в присутствии антиоксидантов.

Хроматографическое определение фенольных соединений. Разделение фенольных соединений проводили на хроматографической системе высокого давления BioLogic DuoFlow™ (BioRad, США). Использовали колонку Symmetry® C18, 100Å, размер пор 5 μm, размеры колонки 3.9 × 150 мм (Waters, США). Детекцию пиков осуществляли посредством детектора BioLogic QuadTec UV/Vis (BioRad, США) при длине волны 280 и 360 нм. Для разделения использовали следующие растворы: раствор А – 6% уксусная кислота, раствор Б – 80% ацетонитрил. Скорость потока – 0.6 мл/мин. Градиент раствора Б был сделан по следующей схеме: 0–4 мин 0%; 4–6 мин 0–5%; 6–8 мин 5%; 8–13 мин 5–30%; 13–16 мин 30%; 16–26 мин 30–65%; 26–31 мин 65%; 31–41 мин 65–100%; 41–46 мин 100%; 46–47 мин 100–0%; 47–52 мин 0%. На колонку вносили по 100 мкл экстракта. Идентификацию пиков проводили, используя набор стандартных фенольных соединений (галловая, хлорогеновая, кофейная, кумаровая, феруловая, синаповая и коричная кислоты, рутин, кверцетин, кемпферол).

Обсуждение результатов

Объекты исследования в настоящей работе – водные экстракты сушеных соцветий бархатцев распротертых, полученные в переменных условиях с целью выявления оптимального режима процесса экстрагирования. Учитывая целенаправленное исследование противоокислительных свойств водных экстрактов соцветий бархатцев, выявление закономерностей влияния технологических факторов на эффективность процесса экстракции осуществляли на основании экспериментальных величин интегральной антиоксидантной активности, приведенных к единице сухого вещества, из-за возможности извлечения водорастворимых балластных веществ и вероятного протекания процессов механо- и термодеструкции, приводящих к дезинтеграции (разложению) неустойчивых биологически активных веществ.

На основании полученных результатов установлен экстремальный характер влияния продолжительности процесса экстракции на его эффективность независимо от температурного режима экстрагирования (рис. 1).

Лучшие результаты достигаются при продолжительности процесса, равной 1.5 ч (90 мин).

Что касается влияния температуры на процесс извлечения антиоксидантов, следует отметить аналогичную тенденцию изменения антиоксидантной емкости исследуемых экстрактов. В диапазоне изученных температур более глубокое извлечение водорастворимых экстрактивных веществ, обладающих противокислительными свойствами, наблюдается при 70 °С, при которой, очевидно, достигаются оптимальные условия для эффективной диффузии биологически активных веществ из растительной ткани. Значительное снижение интегральной антиоксидантной активности (ИАА) экстрактов, полученных при 80 °С, вероятно, обусловлено, деструкцией (разложением) термолабильных компонентов антиоксидантной системы бархатцев распростертых (*Tagetes patula*).

Хорошее согласование результатов, полученных методами кулонометрического титрования электрогенерированным бромом и колориметрического определения антирадикальной активности с использованием реактива DPPH, свидетельствует о правомерности использования приведенного показателя интегральной антиоксидантной активности для оценки эффективности процесса экстракции и подтверждает достоверность установленных зависимостей влияния времени экстрагирования и температуры на антиоксидантную емкость изучаемых извлечений (рис. 2).

Увеличение скорости перемешивания от 300 до 500 об./мин способствует повышению эффективности извлечения экстрактивных веществ – антиоксидантов из исследуемого фитосырья в результате более интенсивного массообмена (рис. 3).

Дальнейшая интенсификация условий перемешивания оказывает, очевидно, деструктирующее воздействие: наблюдается достоверное снижение приведенных характеристик (ИАА) исследуемых экстрактов.

Что касается влияния технологического фактора – гидромодуля, в диапазоне 1 : 50 – 1 : 300 установлен симбатный рост биологически активных веществ в изучаемых экстрактах, достигая максимума при соотношении растительного сырья и экстрагента 1 : 300, что, очевидно, связано с достижением равновесной концентрации на границе раздела фаз (рис. 4).

При увеличении соотношения твердой и жидкой фаз (1 : 350) наблюдается снижение приведенного показателя водных экстрактов.

Интегральная антиоксидантная активность водных экстрактов соцветий бархатцев распростертых, полученных при экспериментально обоснованных условиях экстрагирования: продолжительность – 90 мин, температура – 70 °С, гидромодуль – 1 : 300, интенсивность перемешивания – 500 об./мин, – приведены в таблице.

Как следует из данных, представленных в таблице, водные экстракты на основе сушеных соцветий бархатцев распростертых (*Tagetes patula*) характеризуются достаточно высоким антиоксидантным потенциалом, в среднем 73.08 мг/100 мл экстракта по рутину. Наблюдаемый незначительный разброс величин интегральной антиоксидантной активности, а также сухого остатка, соответствующих индивидуальным извлечениям, очевидно, обусловлен различием состава фитосырья в отдельных опытах, учитывая строение цветка: цветоножка, цветоложе, чашелистик, лепесток, пестик и тычинка.

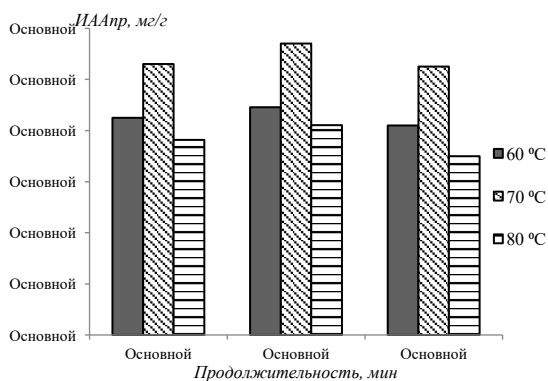


Рис. 1. Влияние продолжительности экстракции на извлечение антиоксидантов при различной температуре: гидромодуль 1 : 50, интенсивность перемешивания 500 об./мин, размер частиц 5 мм

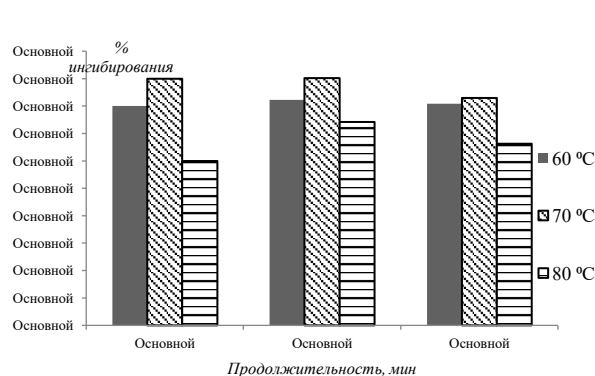


Рис. 2. Влияние продолжительности экстракции на антирадикальную активность при различной температуре: гидромодуль 1 : 50, интенсивность перемешивания 500 об./мин, размер частиц 5 мм

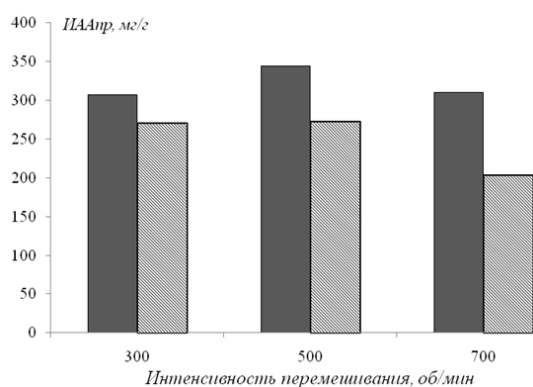


Рис. 3. Влияние интенсивности перемешивания на извлечение антиоксидантов: продолжительность 90 мин, температура 70 °С, размер частиц 5 мм. Гидромодуль: ■ – 1 : 300, ▨ – 1 : 75

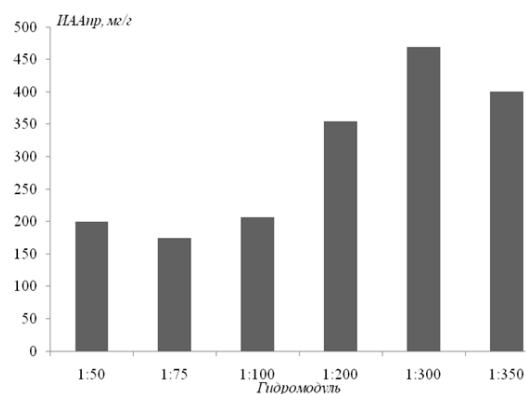


Рис. 4. Влияние гидромодуля на извлечение антиоксидантов: продолжительность 90 мин, температура 70 °С, интенсивность перемешивания 500 об./мин, размер частиц 5 мм

Интегральная антиоксидантная активность водных экстрактов бархатцев распротертых

ИАА, мг/100 мл	75.14±3.05	71.95±1.65	71.34±1.26	73.43±0.05	71.24±1.12	74.70±1.54	73.76±1.52
АСВ, %	0.16	0.15	0.14	0.13	0.15	0.14	0.15

ВЭЖХ-анализ водного экстракта соцветий бархатцев выявил наличие двух групп фенольных соединений: фенольных кислот и флавоноидов (рис. 5). Среди фенольных кислот были идентифицированы галловая, хлорогеновая, кофейная, кумаровая, феруловая и синаповая кислоты, которые по литературным данным являются компонентами экстрактов соцветий бархатцев [22]. Из выявленных фенольных кислот наиболее представлены галловая и кумаровая, содержание которых составляло 10.5 и 7.6 мг/г сухого веса соответственно.

Наибольшим содержанием в экстракте отличались флавоноиды рутин и кверцетин, содержание которых составляло 37.5 и 8.4 мг/г сухого веса соответственно (рис. 5). Известно, что эти флавоноиды обладают антиоксидантной активностью [23, 24] и в связи с этим они могут вносить существенный вклад в измеряемую в экстракте ИАА.

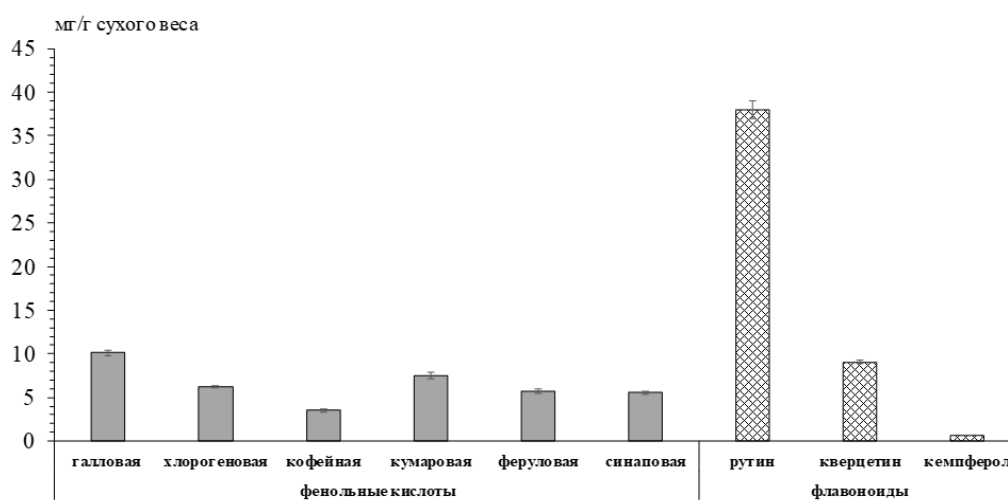


Рис. 5. Содержание фенольных соединений в водном экстракте соцветий бархатцев распротертых

Выводы

На основании проведенных исследований получены зависимости влияния ряда технологических факторов на эффективность извлечения водорастворимых экстрактивных веществ, обладающих антиоксидантной активностью, из сухих соцветий бархатцев распростертых (*Tagetes patula*) и предложен рациональный режим проведения процесса экстракции. Методом гальваностатической кулонометрии оценена интегральная антиоксидантная активность исследуемых водных фитоэкстрактов, которая составила 71–75 мг/100 мл экстракта по рутину. Методом ВЭЖХ идентифицирован ряд фенольных соединений в исследуемых водных извлечениях, включая фенольные кислоты, такие как галловая, хлорогеновая, кофейная, кумаровая, феруловая и синаповая кислоты, а также флавоноиды рутин и кверцетин. Содержание последних составило 37.5 и 8.4 мг/г сухого веса соответственно. Среди фенольных кислот преобладали галловая и кумаровая с содержанием 10.5 и 7.6 мг/г сухого веса соответственно.

Дополнительная информация

В электронном приложении к статье (DOI: <http://www.doi.org/10.14258/jcprm.20240313383s>) приведен дополнительный экспериментальный материал, раскрывающий основные положения, изложенные в статье.

Финансирование

Данная работа финансировалась за счет средств бюджета Института органической и физической химии имени А.Е. Арбузова, Казанского национального исследовательского технологического университета и Казанского института биохимии и биофизики. Никаких дополнительных грантов на проведение или руководство данным конкретным исследованием получено не было.

Конфликт интересов

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Открытый доступ

Эта статья распространяется на условиях международной лицензии Creative Commons Attribution 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>), которая разрешает неограниченное использование, распространение и воспроизведение на любом носителе при условии, что вы дадите соответствующие ссылки на автора(ов) и источник и предоставите ссылку на Лицензию Creative Commons и укажете, были ли внесены изменения.

Список литературы

1. Ohyama K., Akaïke T., Hirobe C., Yamakawa T. Cytotoxicity and apoptotic inducibility of *Vitex agnus-castus* fruit extract in cultured human normal and cancer cells and effect on growth // *Biological and Pharmaceutical Bulletin*. 2003. Vol. 26, no. 1. Pp. 10–18. DOI: 10.1248/bpb.26.10.
2. Márquez F., Babio N., Bulló M., Salas-Salvadó J. Evaluation of the safety and efficacy of hydroxycitric acid or *Garcinia cambogia* extracts in humans // *Critical reviews in food science and nutrition*. 2012. Vol. 52, no. 7. Pp. 585–594. DOI: 10.1080/10408398.2010.500551.
3. Izquierdo-Vega J.A., Arteaga-Badillo D.A., Sánchez-Gutiérrez M., Morales-González J.A., Vargas-Mendoza N., Gómez-Aldapa C.A., Madrigal-Santillán E. Biomedicines, Organic Acids from Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) – A Brief Review of Its Pharmacological Effects // *Biomedicines*. 2020. Vol. 100, no. 5. DOI: 10.3390/biomedicines8050100.
4. Khan M.S.A., Ahmad I. Herbal medicine: current trends and future prospects // *New look to phytomedicine*. Academic Press, 2019. Pp. 3–13. DOI: 10.1016/B978-0-12-814619-4.00001-X.
5. Riaz M., Ahmad R., Rahman N.U., Khan Z., Dou D., Sechel G., Manea R. Traditional uses, Phyto-chemistry and pharmacological activities of *Tagetes Patula* L // *Journal of Ethnopharmacology*. 2020. Vol. 255. 112718. DOI: 10.1016/j.jep.2020.112718.
6. Червоная Н.М. Химический состав и биологическая активность гидрофильных фракций из соцветий бархатцев распростертых (*Tagetes patula*): дис. ... канд. фарм. наук. Пенза, 2017. 147 с.
7. Подгорная Ж.В. Исследование цветков бархатцев распростертых (*Tagetes patula* L.) с целью получения биологически активных веществ: дис. ... канд. фарм. наук. Пенза, 2009. 145 с.
8. Jabeen A., Mesaik M.A., Simjee S.U., Bano S., Faizi S. Anti-TNF- α and anti-arthritic effect of patuletin: A rare flavonoid from *Tagetes patula* // *International immunopharmacology*. 2016. Vol. 36. Pp. 232–240. DOI: 10.1016/j.intimp.2016.04.034.
9. Liu L., Luo S., Yu M., Metwaly A.M., Ran X., Ma C., Cai D. Chemical constituents of *tagetes patula* and their neuroprotecting action // *Natural Product Communications*. 2020. Vol. 15, no. 11. DOI: 10.1177/1934578X20974507.
10. Новиков В.Е., Климкина Е.И. Фармакология гепатопротекторов // *Обзоры по клинической фармакологии и лекарственной терапии*. 2005. Т. 4, №1. С. 2–20.
11. Червоная Н.М., Андреева О.А. Об антиоксидантной активности спирто-водных извлечений из цветков бархатцев распростертых // *Современные проблемы науки и образования*. 2015. №2-3. С. 134–138.

12. Куркин В.А., Савельева А.Е., Куркина А.В. Разработка подходов к стандартизации цветков бархатцев отклоненных (*Tagetes patula* L.) // Химия растительного сырья. 2022. №4. С. 219–229. DOI: 10.14258/jcrpm.2022049243.
13. Гуськов А.А., Родионов Ю.В., Анохин С.А., Елизаров И.А., Назаров В.Н., Никитин Д.В. Технологическая линия по производству экстрактов из растительного сырья // Аграрный научный журнал. 2019. №2. С. 82–85. DOI: 10.28983/asj.y2019i2pp82-85.
14. Саякова Г.М., Датхаев У.М., Кисличенко В.С. Фармакогнозия. М., 2019. 225 с.
15. Казимова К.Ш., Растегаев Е.К., Щербакова Ю.В., Никитин Е.Н., Ахмадуллина Ф.Ю. Оценка влияния метода экстрагирования на антиоксидантную активность этанольных экстрактов плодов аронии черноплодной (*Aronia melanocarpa*) // Бутлеровские сообщения. 2022. Т. 72, №12. С. 170–175. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/22-72-12-170.
16. Sharonova N., Nikitin E., Terenzhev D., Lyubina A., Amerhanova S., Bushmeleva K., Rakhmaeva A., Fitsev I., Sinyashin K. Comparative assessment of the phytochemical composition and biological activity of extracts of flowering plants of *Centaurea cyanus* L., *Centaurea jacea* L. and *Centaurea scabiosa* L // Plants. 2021. Vol. 10, no. 7. 1279. DOI: 10.3390/plants10071279.
17. Kazimova K., Akhmadullina F., Shcherbakova Y., Nikitin E., Akulov A. Determination of Integral Antioxidant Activity of Phytoextracts on Rowan Fruits (*Sorbus aucuparia*) by Coulometric Titration // Asian Journal of Chemistry. 2022. Vol. 34, no. 11. Pp. 2989–2993. DOI: 10.14233/ajchem.2022.23601.
18. ГОСТ Р 54607.4-2015. Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 4. Методы определения влаги и сухих веществ. М., 2019. 14 с.
19. Балакирева Ю.В., Ахмадуллина Ф.Ю., Лапин А.А., Каримова Ф.Г. Влияние промышленных режимов термообработки на антиоксидантную активность козьего молока // Хранение и переработка сельхозсырья. 2010. №5. С. 13–15.
20. Katalinic V., Milos M., Kulisic T., Jukic M. Screening of 70 medicinal plant extracts for antioxidant capacity and total phenols // Food chemistry. 2006. Vol. 94, no. 4. P. 550–557. DOI: 10.1016/j.foodchem.2004.12.004.
21. Rajurkar N.S., Hande S.M. Estimation of phytochemical content and antioxidant activity of some selected traditional Indian medicinal plants // Indian journal of pharmaceutical sciences. 2011. Vol. 73, no. 2. Pp. 146–151. DOI: 10.4103/0250-474x.91574.
22. Krzymińska A., Frąszczak B., Gąsecka M., Magdziak Z., Kleiber T. The content of phenolic compounds and organic acids in two *Tagetes patula* cultivars flowers and its dependence on light colour and substrate // Molecules. 2022. Vol. 27, no. 2. 527. DOI: 10.3390/molecules27020527.
23. Yang J., Guo J., Yuan J. In vitro antioxidant properties of rutin // LWT-Food Science and Technology. 2008. Vol. 41. Pp. 1060–1066. DOI: 10.1016/j.lwt.2007.06.010.
24. Xu D., Hu M.J., Wang Y.Q., Cui Y.L. Antioxidant Activities of Quercetin and Its Complexes for Medicinal Application // Molecules. 2019. Vol. 24. DOI: 10.3390/molecules24061123.

Поступила в редакцию 22 июля 2023 г.

После переработки 17 февраля 2024 г.

Принята к публикации 13 мая 2024 г.

Kazimova K.Sh.^{1*}, Akhmadullina F.Yu.², Akulov A.N.³, Shcherbakova Yu.V.², Nikitin Ye.N.¹ SCREENING OF PARAMETERS FOR THE EXTRACTION OF BIOLOGICALLY ACTIVE SUBSTANCES FROM *TAGETES PATULA* AND ASSESSMENT OF THE ANTIOXIDANT ACTIVITY OF THEIR AQUEOUS EXTRACTS

¹ A.E. Arbuzov Institute of Organic and Physical Chemistry, Kazan Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Acad. Arbuzova st., 8, Kazan, 420088, Russia, camilakazimova@yandex.ru

² Kazan National Research Technological University, Karla Marxa st., 68, Kazan, 420015, Russia

³ Kazan Institute of Biochemistry and Biophysics, Kazan Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Lobachevskogo st., 2/31, Kazan, 420111, Russia

The influence of various technological factors on the efficiency of extraction of water-soluble extractive substances from dry inflorescences of marigolds, prostrate (*Tagetes patula*), including temperature, mixing intensity, hydromodulus, and extraction duration, was studied. A rational mode of the extraction process was established based on the given characteristics of the integral antioxidant activity of aqueous phytoextracts, correlated to a unit of extractive substances released in each experiment. The value of the integral antioxidant activity was determined by coulometric titration with electrogenerated bromine using rutin as a standard. The best results (71–75 mg/100 ml of extract) were obtained under the following process conditions: temperature 70 °C, stirring intensity 500 rpm, hydromodulus 1 : 300, phytomaterial particle size 5 mm, and extraction time 90 min. HPLC analysis of an aqueous extract of marigold inflorescences revealed the presence of two groups of phenolic compounds: phenolic acids and flavonoids. Among phenolic acids, gallic, chlorogenic, caffeic, coumaric, ferulic and synapic acids, as well as flavonoids rutin and quercetin were identified.

Keywords: extraction, technological factors, aqueous phytoextracts, antioxidant activity, HPLC analysis.

For citing: Kazimova K.Sh., Akhmadullina F.Yu., Akulov A.N., Shcherbakova Yu.V., Nikitin Ye.N. *Khimiya Rastitel'nogo Syr'ya*, 2024, no. 3, pp. 250–258. (in Russ.). DOI: 10.14258/jcprm.20240313383.

References

- Ohyama K., Akaike T., Hirobe C., Yamakawa T. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*, 2003, vol. 26, no. 1, pp. 10–18. DOI: 10.1248/bpb.26.10.
- Márquez F., Babio N., Bulló M., Salas-Salvadó J. *Critical reviews in food science and nutrition*, 2012, vol. 52, no. 7, pp. 585–594. DOI: 10.1080/10408398.2010.500551.
- Izquierdo-Vega J.A., Arteaga-Badillo D.A., Sánchez-Gutiérrez M., Morales-González J.A., Vargas-Mendoza N., Gómez-Aldapa C.A., Madrigal-Santillán E. *Biomedicines*, 2020, vol. 100, no. 5. DOI: 10.3390/biomedicines8050100.
- Khan M.S.A., Ahmad I. *New look to phytomedicine*. Academic Press, 2019, pp. 3–13. DOI: 10.1016/B978-0-12-814619-4.00001-X.
- Riaz M., Ahmad R., Rahman N.U., Khan Z., Dou D., Sechel G., Manea R. *Journal of Ethnopharmacology*, 2020, vol. 255, 112718. DOI: 10.1016/j.jep.2020.112718.
- Chervonnaya N.M. *Khimicheskiy sostav i biologicheskaya aktivnost' gidrofil'nykh fraktsiy iz sotsvetiy bar-khattsev rasprostertykh (Tagetes patula): dis. ... kand. farm. nauk.* [Chemical composition and biological activity of hydrophilic fractions from inflorescences of prostrate marigold (*Tagetes patula*): diss. ... candidate of pharmaceutical sciences]. Pyatigorsk, 2017, 147 p. (in Russ.).
- Podgornaya Zh.V. *Issledovaniye tsvetkov barkhattsev rasprostertykh (Tagetes patula L.) s tsel'yu polucheniya biologicheskii aktivnykh veshchestv: dis. ... kand. farm. nauk.* [Study of prostrate marigold flowers (*Tagetes patula* L.) for the purpose of obtaining biologically active substances: diss. ... candidate of pharmaceutical sciences]. Pyatigorsk, 2009, 145 p. (in Russ.).
- Jabeen A., Msaik M.A., Simjee S.U., Bano S., Faizi S. *International immunopharmacology*, 2016, vol. 36, pp. 232–240. DOI: 10.1016/j.intimp.2016.04.034.
- Liu L., Luo S., Yu M., Metwaly A.M., Ran X., Ma C., Cai D. *Natural Product Communications*, 2020, vol. 15, no. 11. DOI: 10.1177/1934578X20974507.
- Novikov V.Ye., Klimkina Ye.I. *Obzory po klinicheskoy farmakologii i lekarstvennoy terapii*, 2005, vol. 4, no. 1, pp. 2–20. (in Russ.).
- Chervonnaya N.M., Andreyeva O.A. *Sovremennyye problemy nauki i obrazovaniya*, 2015, no. 2-3, pp. 134–138. (in Russ.).
- Kurkin V.A., Savel'yeva A.Ye., Kurkina A.V. *Khimiya rastitel'nogo syr'ya*, 2022, no. 4, pp. 219–229. DOI: 10.14258/jcprm.2022049243. (in Russ.).
- Gus'kov A.A., Rodionov Yu.V., Anokhin S.A., Yelizarov I.A., Nazarov V.N., Nikitin D.V. *Agrarnyy nauchnyy zhurnal*, 2019, no. 2, pp. 82–85. DOI: 10.28983/asj.y2019i2pp82-85. (in Russ.).
- Sayakova G.M., Datkhayev U.M., Kislichenko V.S. *Farmakognoziya*. [Pharmacognosy]. Moscow, 2019, 225 p. (in Russ.).
- Kazimova K.Sh., Rastegayev Ye.K., Shcherbakova Yu.V., Nikitin Ye.N., Akhmadullina F.Yu. *Butlerovskiye soobshcheniya*, 2022, vol. 72, no. 12, pp. 170–175. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/22-72-12-170. (in Russ.).
- Sharonova N., Nikitin E., Terenzhev D., Lyubina A., Amerhanova S., Bushmeleva K., Rakhmaeva A., Fitsev I., Sinyashin K. *Plants*, 2021, vol. 10, no. 7, 1279. DOI: 10.3390/plants10071279.
- Kazimova K., Akhmadullina F., Shcherbakova Y., Nikitin E., Akulov A. *Asian Journal of Chemistry*, 2022, vol. 34, no. 11, pp. 2989–2993. DOI: 10.14233/ajchem.2022.23601.

* Corresponding author.

18. GOST R 54607.4-2015. *Uslugi obshchestvennogo pitaniya. Metody laboratornogo kontrolya produktsii obshchestvennogo pitaniya. Chast' 4. Metody opredeleniya vlagi i sukhikh veshchestv.* [GOST R 54607.4-2015. Catering services. Methods of laboratory control of catering products. Part 4. Methods for determination of moisture and dry matter]. Moscow, 2019, 14 p. (in Russ.).
19. Balakireva Yu.V., Akhmadullina F.Yu., Lapin A.A., Karimova F.G. *Khraneniye i pererabotka sel'khozsyrya*, 2010, no. 5, pp. 13–15. (in Russ.).
20. Katalinic V., Milos M., Kulisic T., Jukic M. *Food chemistry*, 2006, vol. 94, no. 4, pp. 550–557. DOI: 10.1016/j.foodchem.2004.12.004.
21. Rajurkar N.S., Hande S.M. *Indian journal of pharmaceutical sciences*, 2011, vol. 73, no. 2, pp. 146–151. DOI: 10.4103/0250-474x.91574.
22. Krzymińska A., Frąszczak B., Gąsecka M., Magdziak Z., Kleiber T. *Molecules*, 2022, vol. 27, no. 2, 527. DOI: 10.3390/molecules27020527.
23. Yang J., Guo J., Yuan J. *LWT-Food Science and Technology*, 2008, vol. 41, pp. 1060–1066. DOI: 10.1016/j.lwt.2007.06.010.
24. Xu D., Hu M.J., Wang Y.Q., Cui Y.L. *Molecules*, 2019, vol. 24. DOI: 10.3390/molecules24061123.

Received July 22, 2023

Revised February 17, 2024

Accepted May 13, 2024

Сведения об авторах

Казимова Камила Шухратовна – младший научный сотрудник, samilakazimova@yandex.ru

Ахмадуллина Фариды Юнусовна – старший преподаватель, akhmadullina1951@mail.ru

Акулов Антон Николаевич – старший научный сотрудник, akulov_anton@mail.ru

Щербаклова Юлия Владимировна – доцент, balakirevajulia3@mail.ru

Никитин Евгений Николаевич – заведующий лабораторией, berkut@mail.ru

Information about authors

Kazimova Kamila Shukhratovna – Junior Researcher, camilakazimova@yandex.ru

Akhmadullina Farida Yunusovna – Senior Lecturer, akhmadullina1951@mail.ru

Akulov Anton Nikolaevich – Senior Researcher, akulov_anton@mail.ru

Shcherbakova Yulia Vladimirovna – Associate Professor, balakirevajulia3@mail.ru

Nikitin Evgeny Nikolaevich – Head of Laboratory, berkut@mail.ru