Hydrodistillation and Chemical Composition of Essential Oil of Leaves of *Convolvulus* in Latakia Area

Dr. Tareq Arraj Arraj *
Dr. Boushra Ahmed Ali **

(Received 7 / 8 / 2024. Accepted 18 / 9 /2024)

□ ABSTRACT □

The leaves of *Convolvulus* were collected from Tishreen University in summer 2024. The essential oil of leaves obtaind by hydrodistillation for 4 h utilizing a Clevenger-type apparatus. Then The essential oil was investigated by GC/MS. The yield of essentiall oil was (0.06%) and eighteen components were characterized most of them from sesquiterpene hydrocarbons, as β-caryophyllene (45.9 %), dodecanal (8.9 %), caryophyllene oxide (4.2 %), tetradecanal (4.5 %) and dihydroedulanI (4.4 %) as the major components.

Keywords: Convolvulus, essential oil, hydrodistillation, β-caryophyllene, GC/MC.

Copyright **:**Tishreen University journal-Syria, The authors retain the copyright under a CC BY-NC-SA 04

* **Assistant Professor- Chromatographic analysis - Higher Institute for Environmental Research - Tishreen University - Lattakia- Syria**
** **Ph.D. Organic Chemistry - Higher Institute for Marine Research - Tishreen University – Lattakia-Syria. boushraahmedali@gmail.com**

التقطير المائي وتحديد المحتوى الكيميائي للزيت الأساس لأوراق نبات اللبلاب المتسلق *Convolvulus* في منطقة اللاذقية

د. طارق عراج عراج [*]

د. بشرى أحمد علي [**]

(تاريخ الإيداع 7 / 8 / 2024. قُبِل للنشر في 18 / 9 /2024)

□ ملخّص □

جُمعت عينات نبات اللبلاب المنتشر بشكل واسع في مدينة اللاذقية وذلك في فصل الصيف خلال شهر آب 2024، واستُخلص الزيت الأساس للأوراق بالتقطير المائي باستخدام جهاز كلفنجر، ثم فُحص التركيب الكيميائي باستخدام جهاز الكرماتوغرافيا الغازية – مطيافية الكتلة GC/MS ، حيث كان مردود الزيت لدى تقطير أوراق اللبلاب المتسلق 0.06% (v/w) من الزيت الأساس ذو اللون الأصفر الفاتح، والذي أظهر عند تحليله على جهاز GC/MS وجود ثمانية عشر مركباً أغلبها من السيكسوتربينات الهدروجينية وخاصة بيتا كاريوفيلين الذي سجل أعلى نسبة بين المكونات (45.9%)، ومن المكونات الأخرى الجديرة بالذكر دوديكانال (8.9%)، وأكسيد الكاريوفيلين (4.2%)، وتيتراديكانال (4.5%)، وديهيدرودولان (4.4%).

الكلمات المفتاحية: اللبلاب المتسلق، الزيت الأساس، التقطير المائي، بيتا كاربوفيلين، GC/MS.

حقوق النشر : مجلة جامعة تشرين– سورية، يحتفظ المؤلفون بحقوق النشر بموجب الترخيص CC BY–NC–SA 04

[*] **مدرس– تحليل كروماتوغرافي – المعهد العالي للبحوث البيئية – جامعة تشرين – اللاذقية– سورية.**

[**] **دكتوراه– الكيمياء العضوية – المعهد العالي للبحوث البحرية – جامعة تشرين– اللاذقية–سورية.boushraahmedali@gmail.com**

مقدمة:

تلعب النباتات الطبية دوراً مهماً جداً في الأبحاث التي تتعلق بالمجالات الصيدلانية، فهي تحتوي على عدد غير محدد من المكونات الفعالة حيوياً وتساهم في تركيب 70% من الأدوية. يمكن استخدام مكونات هذه النباتات بشكل مباشر كعوامل علاجية أو كمواد أولية تستخدم في إنتاج الأدوية لذا فهي موضوع الكثير من الأبحاث التي تتناول التعرف على المواد الفعالة للنباتات الطبية [2 - 1].

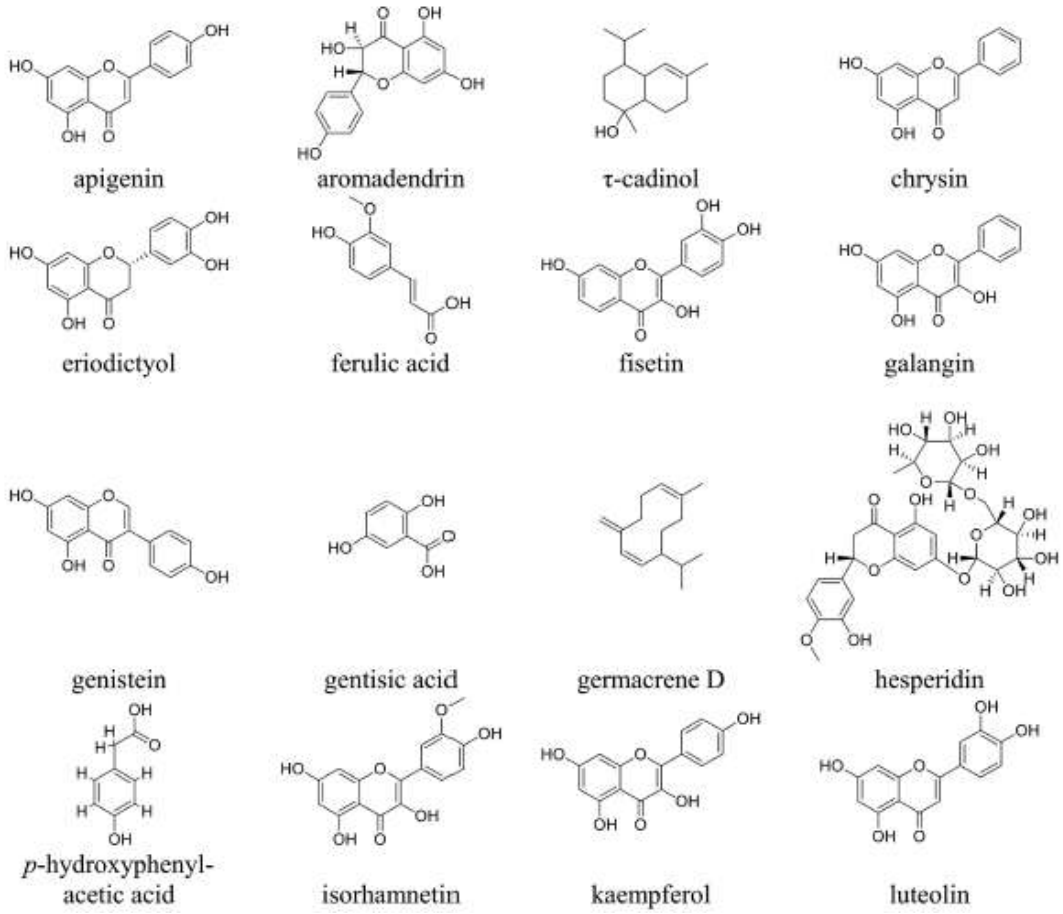
يتميز عصرنا بالبحث عن حياة أكثر صحة وبالتالي العودة إلى الطبيعة في استخدام النباتات الطبية في المعالجة، يعد اللبلاب المتسلق منذ العصور القديمة نباتاً واسع الانتشار في مجال طب الأعشاب والمعروف بعلاج التهاب الشعب الهوائية والجهاز التنفسي، ونزلات البرد وتخفيف السعال [3-2].

تمثل نقطة البداية في استخدام نبات اللبلاب في استخدام مستخلصاته كمكمل غذائي واستخدمه في تنظيف الجهاز التنفسي وتخفيف السعال [4] . حضر لأول مرة المكمل الغذائي المذكور مخبرياً في ألمانيا وأصبح يصدر إلى بلدان أخرى وذلك نتيجة غناه بالمركبات الكيميائية الفعالة حيوياً [5].

يعرف النبات المتسلق بأنه النبات الذي لا يمكن أن يرتفع ساقه رأسياً إلا بمساعدة دعامة مثل الجدران والأشجار والشجيرات والأسوار وغيرها، وتتميز بساق طويلة مرنة يسهل تكاثره. تسمى Hedera وهو الاسم اللاتيني لنبات اللبلاب ويأتي من haerere ويعني التعلق، حيث أن له جذور تثبيت تسمح للنبات بالارتباط بالدعامات. تُعرف أيضاً باسم عشبة القديس يوحنا أو لبلاب الشاعر أو اللبلاب الكي أو اللبلاب المتسلق [6].

تعد سوريا بلد معروف بثراء نباتاته بآلاف الأنواع بما فيها اللبلاب، وبما أن اللبلاب السوري يحتوي على مواد فعالة وغنية كيميائياً فلماذا لا تتم معالجة مستخلصه واستخدامه في صناعة هذا المكمل أو أي منتج صيدلاني مصنوع من هذا النبات؟!

تناولت دراسات عديدة التركيب الكيميائي لزيت الأساس لنبات اللبلاب [15-14] ، ودراسة فعالية خلاصاته المضادة للأكسدة والمضادة للبكتريا كما تناولت بعض تلك الدراسات المجالات التطبيقية الدوائية والتجميلية وغيرها [19–15]. يبين الشكل (1) الصيغ الكيميائية لبعض المركبات التي أثبتت تلك الدراسات وجودها في الزيت الأساس لنبات اللبلاب.



الشكل (1): الصيغ الكيميائية لبعض المركبات المكونة للزيت الأساس لنبات اللبلاب[13]

تم وصف نبات اللبلاب كما يلي[6]:

النطاق: حقيقيات النوى

المملكة: النباتات

الشعبة: البذريات

الرتبة: الباذنجانيات Solanales

الفصيلة: المحمودية

الجنس: لبلاب Convolvulus

اللبلاب المتسلق هو نبات بري ذو ساقة لينة يمكن أن يصل طوله إلى 30m، ويتسلق باستخدام الجذور الهوائية القصيرة حيث يمكن أن يزداد طوله cm(30 – 15) كل عام [6]. تتوضع الأوراق بشكل متناوب تكون دائمة الخضرة وصلبة خضراء داكنة اللون ولامعة، أما أزهاره فهي صغيرة الحجم ولها خمس بتلات ذات لون أصفر مخضر، ويكون ترتيبها على شكل مظلات صغيرة كثيفة. أما ثمار اللبلاب فهي عبارة عن حبيبات صغيرة خضراء ثم تتحول إلى بنية اللون ثم الى اللون الأسود عند النضج وتحوي كل ثمرة على ثلاث إلى خمس بذور اسفنجية [7].

أما بالنسبة للاستخدامات الطبية لنبات اللبلاب فهي واسعة جداً وتتوزع بين استعمالات خارجية او عن طريق تناولها فموياً حيث تبين استخدامه كمضاد للتشنجات العضلية القوية ويعود ذلك إلى غنى النبات بمركبات الصابونين ومركب Hederacoside C و hederin والمركبات الفنولية [8].

يشجع وجود مركبات ألفا هيديرين وهيديراسابونين-C في خلاصات نبات اللبلاب على استخدمها كمضاد التهاب. بينت الكثير من الدراسات أن لخلاصات أوراق اللبلاب تأثير مضاد للبكتيريا، حيث بينت تلك الدراسات تأثير واضح جداً في مكافحة أكياس البكتيريا كما يمكن استخدامه كمضاد فطري وذلك لتاثير الفعال لمركباته ويعود ذلك الى وجود السابونين ثلاثي التربينوئيد [8]. استخدمت خلاصات اللبلاب أيضاً للعلاجات الداخلية عن طريق تناولها فموياً في علاج التهاب الشعب الهوائية المزمن والتهاب القصبات الهوائية والحنجرة كما دخلت مستخلصات أوراق اللبلاب بتراكيز محددة في أدوية السعال للأطفال والكبار.

تعددت الدراسات التي سلطت الضوء على الاستخدامات الطبية لمستخلصات اللبلاب في ألمانيا وفرنسا وإيران والجزائر وتونس [11-14]، وفي سوريا يوجد عدة أدوية متداولة في الصيدليات بخلاصات نبات اللبلاب أشهرها بروسبان الذي يستخدم لتهدئة السعال عند الاصابة بنزلات البرد الشديدة عند الأطفال والكبار الشكل(2).

الشكل(2): أحد الأدوية المحضرة بخلاصة أوراق اللبلاب

اعتمدت خلاصات اللبلاب منذ عام 1988 في ألمانيا لعلاج التهابات الجهاز التنفسي حيث تبين مخبرياً أن المادة الفعالة هي Hederacoside C التي تم الحصول عليها من استخلاص وتنقية أوراق نبات اللبلاب [8].

بالنتيجة، بغية إجراء تحديد المحتوى الكيميائي لنبات اللبلاب السوري ودراسة مقارنة محتواه مع محتوى أوراق اللبلاب Hedera helix L في بلدان أخرى من خلال تحديد المستقلبات الثانوية وإبراز نسب المادة الفعالة فيه.

طرائق البحث ومواده:

المواد والأجهزة اللازمة:

هكسان عالي النقاوة، إيثانول عالي نقاوة، جهاز سوكسيليه (من شركة Elecrothermal) ميزان الكتروني حساس من شركة (Scaltec)، مبخر دوار من شركة (BUCHI)، جهاز الكروماتوغرافيا الغازية GC-MS (Agilent نموذج 6890 A) موجودد في المعهد العالي للبحوث البحرية بجامعة تشرين وهو مزود بكاشف مطيافية الكتلة MS (Agilent نموذج 5975 C) باستخدام مكتبتي Willy و Nist.

المادة النباتية ومواقع الاعتيان:

جمعت عينات من أوراق نبات اللبلاب من حدائق جامعة تشرين المنتشر بكثرة وذلك في فصل الصيف شهر خلال آب 2024، وجففت العينات النباتية النظيفة في الظل في درجة حرارة الغرفة مدة أربعة عشر يوم وذلك حتى ثبات الوزن، وحفظت العينات ضمن أكياس ورقية إلى حين الاستخلاص [9].

استخلاص الزيت العطري:

أُخذت العينات المجففة وطحنت، وأُخذ 100g من المسحوق ومزج في 200ml من الماء المقطر، واستخلص الزيت العطري بجهاز التقطير من نوع Clevenger، وقد استمرت عملية الاستخلاص مدة تزيد على ثلاث ساعات عند الدرجة 120ºC [11].

تم تكثيف بخار التقطير بمرحلتين :

الاولى: مرحلة مائية تدعى ماء عطري.

الثانية: مرحلة عضوية بإضافة كبريتات الصوديوم اللامائية لإزالة آثار الماء، وهذه المرحلة تدعى الزيت العطري. جُمع الزيت النقي الناتج وحُسبت نسبته المئوية وفق الصيغة:

كمية الزيت% = كمية الزيت العطري/ الكتلة الجافة للعينة 100X

ثم حفظ الزيت النقي في عبوات مغلقة وعاتمة عند الدرجة 4ºC إلى حين الاستخدام [11].

تحديد التركيب الكيميائي للزيت باستعمال جهاز الكروماتوغرافيا الغازية– مطيافية الكتلة GC-MS

أُجري تحليل الزيت باستعمال جهاز GC طراز 7890A من شركة Agilent الموجود في هيئة الطاقة الذرية والمجهز بعمود شعري طوله 30m وقطره 0.25mm الحاوي على مادة فصل فعالة من طراز 5HP-MS بثخانة 0.25µm باستعمال البرنامج الحراري الآتي:

درجة حرارة الحاقن 260ºC ودرجة حرارة الفرة تبدأ من 60ºC حتى 240ºC اذ ترتفع من 60ºC إلى 210ºC بمعدل 4ºC في الدقيقة، ثم تثَبت على هذه الدرجة مدة 8.5min، باستخدام غاز الهليوم بنقاوة (99.999%) كطور متحرك بمعدل تدفق 1ml/min [10].

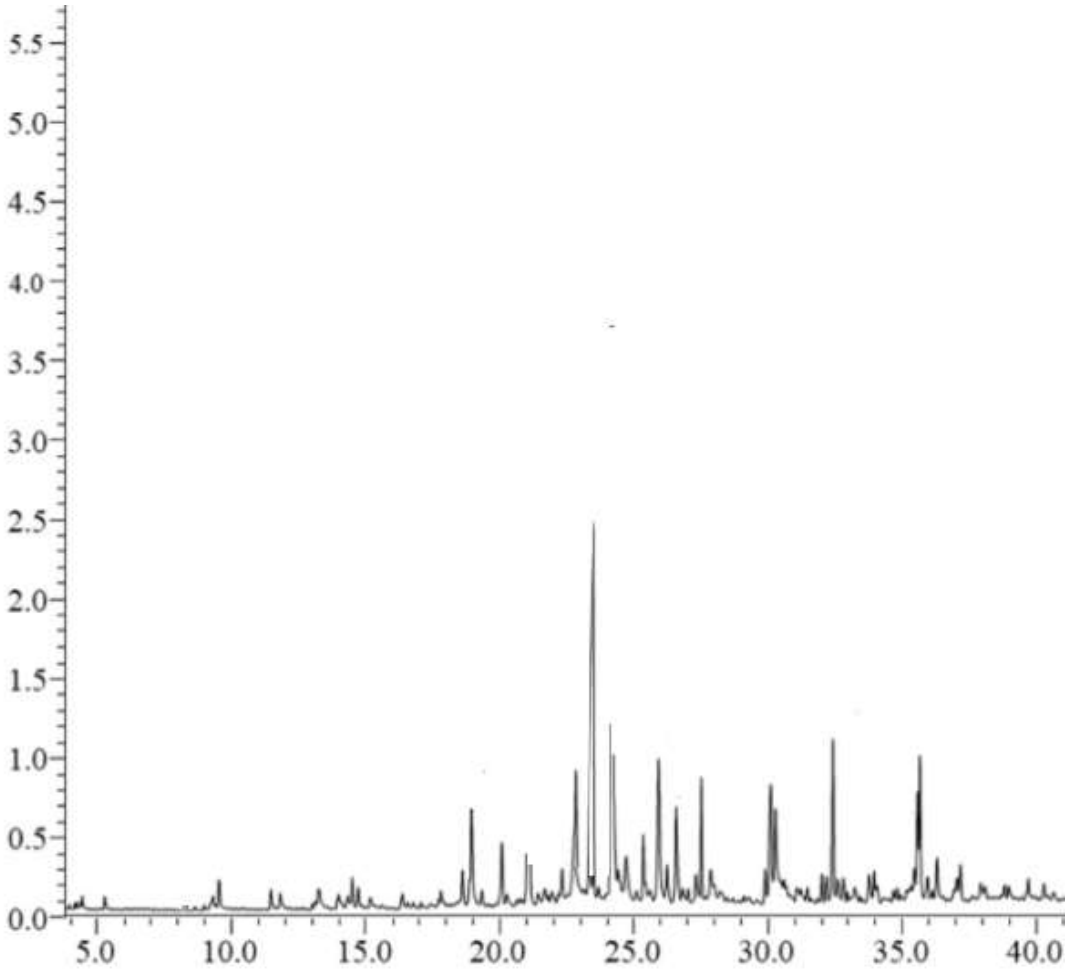
النتائج والمناقشة:

بلغ مردود الزيت لدى تقطير أوراق اللبلاب 0.06% (v/w) من الزيت الأساس ذو اللون الأصفر الفاتح الذي تم تحديد تركيبه الكيميائي باستخدام جهاز GC/MS حيث أظهر التحليل وجود ثمانية عشر مركباً أغلبها من السيكسوتربينات الهدروجينية وخاصة بيتا كاريوفيلين الذي سجل أعلى نسبة بين المكونات الأخرى (45.9%). ومن المكونات الأخرى الجديرة بالذكر دوديكانال (8.9%)، وأكسيد الكاريوفيلين (4.2%)، وتيترا ديكانال (4.5%)، وديهيدرويدولان (4.4%). تظهر النتائج في الجدول (1)، حيث تم ذكر المركبات حسب ترتيب استخلاصها على عمود جهاز الكروماتوغرافيا الغازية:

الجدول (1): التركيب الكيميائي لأوراق اللبلاب المتسلق عند التحليل على جهاز GC-MC

الرقم	اسم المركب	RT	%	الصيغة الجزيئية
1	Cymene	13.49	0.6	C10H14
2	Pinocarvone	14.84	0.2	C10H14O
3	Thymol	15.55	0.7	C10H14O
4	Dihydroedulan I	19.45	4.4	C13H22O

5	α-Copaene	21.45	2.5	C15H24
6	Dodecanal	22.01	**8.9**	C12H24O
7	(Z)-Caryophyllene	22.45	1.4	C15H24
8	β-Caryophyllene	22.97	**45.9**	C15H24
9	Geranyl acetone	23.31	0.3	C13H22O
10	β-Humulene	23.9	2.4	C15H24
11	(E)-β-Ionone	24.24	1.8	C13H20O
12	Germacrene D	24.65	0.5	C15H24
13	Tridecanal	24.99	0.5	C13H26O
14	Caryophyllene oxide	27.14	4.2	C15H24
15	Tetradecanal	27.21	4.5	C14H28O
16	Hexadecanal	30.99	1.65	C16H32O
17	6,10,14-Trimethyl-2-pentadecanone	32.17	0.4	C18H36O
18	E-Phytol acetate	37.69	0.9	C22H22O2



الشكل (3): كروماتوغرام جهاز GC-MS لتحليل الزيت الأساس لأوراق اللبلاب المتسلق

كانت نتائجنا هذه متقاربة من دراسات أخرى مشابهة فمثلا كان مردود الزيت لأوراق نبات اللبلاب المنتشر في الصحراء السعودية 0.34% [11]، في حين كان المردود أعلى من مردود لزيت أوراق اللبلاب المنتشر في إيران 0.04% [9] ، هذا بالإضافة إلى بعض الاختلافات في التركيب الكيميائي أو بنسب تلك المركبات فمثلاً سجل اللبلاب الايراني أعلى نسبة للمركب بيتا كاريوفيلين أيضاً كما في دراستنا هذه ولكن بنسبة أعلى (47%) الأمر الذي يعزى إلى الاختلاف بالظروف البيئية والموقع الجغرافي وموسم جمع العينات ومدة التقطير.

يمكن لهذه الدراسة أن تثير اهتمامات بحثية متجددة لهذا النبات الطبي القيم بهدف إعادة تحديد وتوسيع استخداماته في مجال الزينة والاستخدامات العلاجية النباتية القائمة على الأدلة من خلال الدراسات العلمية [16,18]، والتي تهدف إلى التحقق من صحة فوائده الطبية التقليدية على اعتبار أن دراسات علمية محدودة قد تناولت هذه النبات وبالتالي من الضروري إجراء المزيد من الدراسات للتحقق العلمي من سمية ودوائية نبات اللبلاب المتسلق.

الاستنتاجات والتوصيات:

- أظهر التقطير المائي لأوراق نبات اللبلاب المتسلق أن مردود الزيت الأساس هو (0.06%).
- بين التركيب الكيميائي للزيت الأساس لأوراق نبات اللبلاب المتسلق عند تحليله على جهاز GC-MS أن المركب الأعلى نسبة هو مركب β-Caryophyllene (45.9%)
- يمكن اعتبار نبات البلاب هو مصدر دوائي تقليدي آمن.
- إجراء المزيد من الأبحاث للتحقق من الفعالية الدوائية لنبات اللبلاب المتسلق.
- الاهتمام والتشجيع على زراعة مثل أنواع من النباتات لما لها من فوائد طبية وصناعية متعددة.

References:

1. FABRE, André-Julien. "Mythologie et plantes médicinales de l'Antiquité." Histoire des sciences médicales 37.1 (2003): 65-87.
2. Gurib-Fakim, Ameenah. "Medicinal plants: traditions of yesterday and drugs of tomorrow." Molecular aspects of Medicine 27.1 (2006): 1-93.
3. Uddin, Ghias, et al. "Preliminary phytochemical screening and antimicrobial activity of Hedera helix L." Middle-East J Sci Res 8.1 (2011): 198-202.
4. Lutsenko, Y. U. L. I. A., et al. "Hedera helix as a medicinal plant." Herba polonica 56.1 (2010): 83-96.
5. CINDY, J. Contribution à l'élaboration d'un site d'internet de toxicology végétale chez les ruminants : monographie des principales plantes incriminées d'après les données du CNITV. Thèse de doctorat. Université CLAUDEBERNARD. LYON1. France . (2009).
6. Wood, John RI, et al. "A foundation monograph of Convolvulus L.(Convolvulaceae)." PhytoKeys 51 (2015).
7. Davis, Stacy, et al. "A meta-analysis of field bindweed (Convolvulus arvensis) management in annual and perennial systems." Weed Science 66.4 (2018): 540-547.
8. NASSIRA, DJELLAB, KHADOUDJA ARGIDI, and SOULEF FEREH. Etude phytochimique et activité biologique de l'extrait aqueux de l'Hedera helix L. Diss. Université de Larbi Tébessi, 2022.

9. Dehghan, Hossein, Yaghoub Sarrafi, and Peyman Salehi. "Chemical composition of the essential oil of Convolvulus Persicus L." Journal of Essential Oil Bearing Plants 18.3 (2015): 592-595.
10. Jalill, RD Abdul, Mustafa A. Kalel, and Ahmed M. Al-Shammari. "GC-MS Analysis of Convolvulus arvensis." International Journal of Pharmacy and Therapeutics 5.2 (2014).
11. Salamatullah, Ahmad Mohammad. "Convolvulus arvensis: antioxidant, antibacterial, and antifungal properties of chemically profiled essential oils: an approach against nosocomial infections." Life 12.12 (2022): 2138.
12. Al-Enazi, Nouf M. "Phytochemical screening and biological activities of some species of Alpinia and Convolvulus plants." (2018): 301-309.
13. Al-Rifai, Asma'A., et al. "Antibacterial, antioxidant activity of ethanolic plant extracts of some Convolvulus species and their DART- ToF- MS profiling." Evidence- based Complementary and Alternative Medicine 2017.1 (2017): 5694305.
14. Cabrita, Luis. "A novel acylated anthocyanin with a linear trisaccharide from flowers of Convolvulus althaeoides." Natural Product Communications 10.11 (2015): 251-278.
15. Edrah, Salem, Eman Osela, and Ashok Kumar. "Preliminary phytochemical and antibacterial studies of Convolvulus arvensis and Thymus capitatus plants extracts." Research Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry 5.5 (2013): 220-223.
16. El-Askary, Hesham I., et al. "Bioactive caffeoylquinic acid derivatives from Convolvulus hystrix Vahl." Bull Fac Pharm Cairo Univ 44.3 (2006): 1.
17. Elzaawely, A. A., and S. Tawata. "Antioxidant activity of phenolic rich fraction obtained from Convolvulus arvensis L. leaves grown in Egypt." (2012): 32-40.
18. Elzaawely, A. A., and S. Tawata. "Antioxidant activity of phenolic rich fraction obtained from Convolvulus arvensis L. leaves grown in Egypt." (2012): 32-40.
19. Fan, Bo-Yi, et al. "Arvensic acids AD, novel heptasaccharide glycosidic acids as the alkaline hydrolysis products of crude resin glycosides from Convolvulus arvensis." Fitoterapia 131 (2018): 209-214.