

# DISPERSIONS DE TYPE PROPOLIS-DANS-EAU

## PROPOLIS ULTRA-FORTE SANS ALCOOL ?

*YES, WE CAN !*

Fernando Leal-Calderon (Pr. ENSMAC)



INSTITUT DE CHIMIE ET BIOLOGIE DES MEMBRANES ET NANOOBJETS  
UMR 5248 (CNRS, UNIVERSITE DE BORDEAUX, BORDEAUX INP)

## La Propolis de Peuplier



Produit de la ruche : fabriquée par les abeilles à partir de sève de peuplier et de sécrétions salivaires

Sert à étanchéiser et à aseptiser la ruche

Constitue un sas de décontamination à l'entrée de la ruche



# Le contexte de l'étude

## La propolis a des propriétés

**Antifongiques Cicatrisantes Antioxydantes Antimicrobiennes**

**Anti-inflammatoires Antitumorales Immuno-modulatrices**

La propolis est consommée comme **complément alimentaire à valeur santé**

- Miguel et al. (2010). *Food and Chemical Toxicology*, 48, 3418–3423.
- Ota et al. (2001). *Mycoses*, 44, 375–378.
- Raghukumar et al. (2010). *Phytotherapy Research*, 24, 1181–1187.
- Nolkemper et al. (2010). *Phytomedicine*, 17, 132–138.
- Ramos & Miranda (2007). *Journal of Venomous Animals and Toxins including Tropical Diseases*, 13, 697–710
- Carvalho et al. (2011). *Food Chemistry*, 126, 1239–1245.



# Le contexte de l'étude

## Contrainte

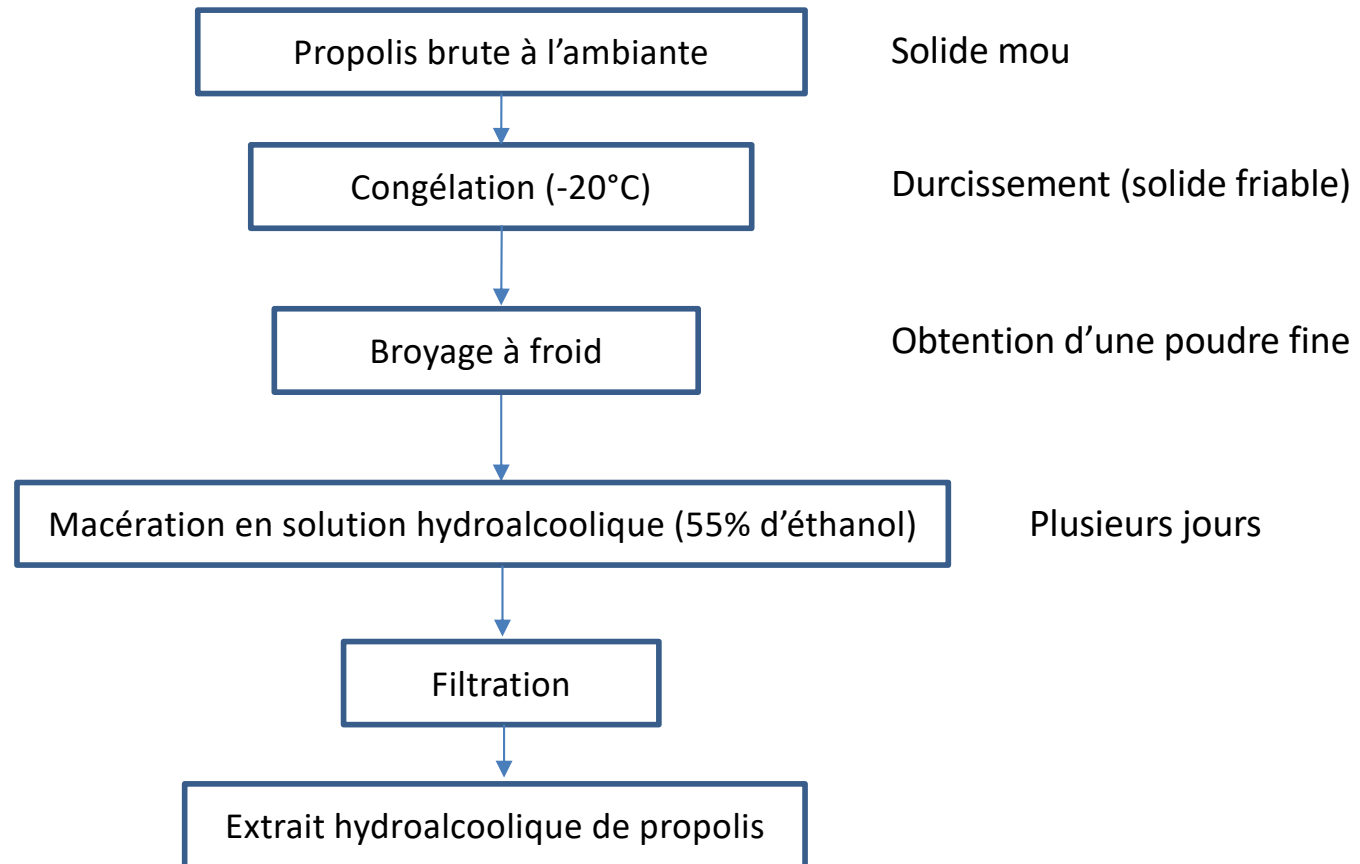
La propolis est très peu soluble dans l'eau et les molécules bioactives qu'elle contient sont très peu biodisponibles. Tout produit à base de propolis doit être concentré si l'on souhaite obtenir un effet significatif.

Elle est vendue comme complément alimentaire sous forme de :

- pâte à mâcher (faible praticité)
- infusion aqueuse très peu concentrée (donc inefficace)
- solution buvable hydroalcoolique concentrée (**propolis « ultra forte »**)

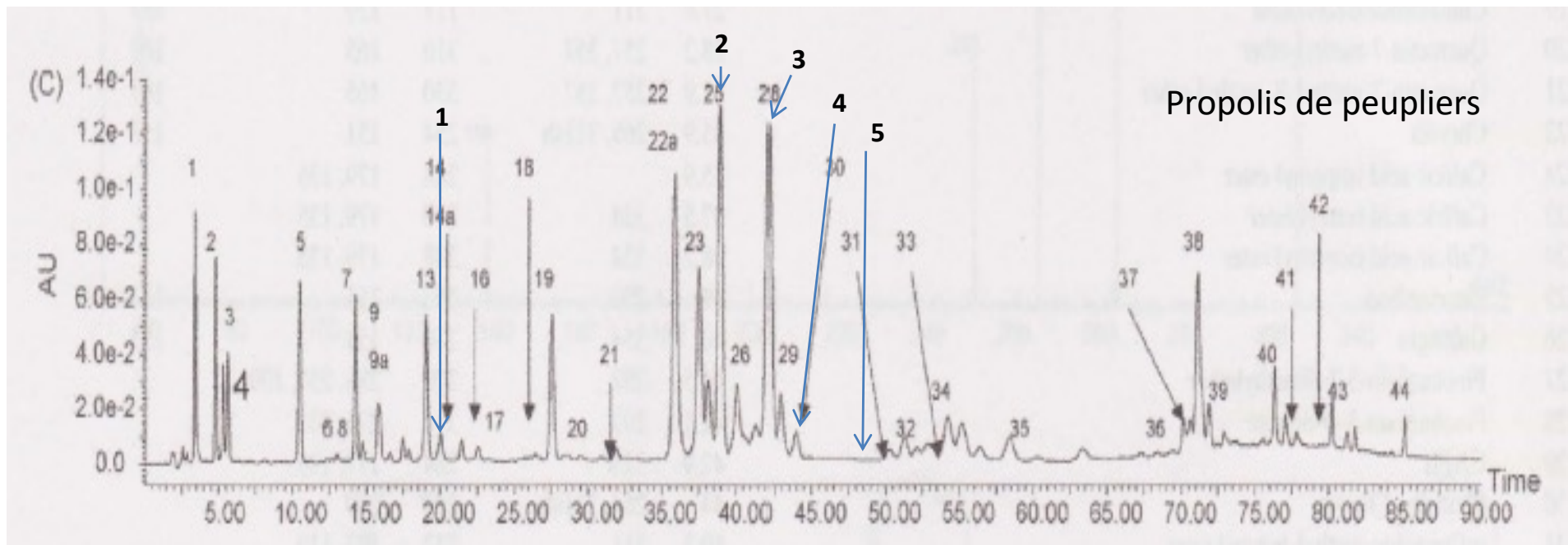
**La propolis ultra forte** est une version concentrée (10 à 20% en solution). Elle est souvent utilisée pour renforcer le système immunitaire, traiter les affections des voies respiratoires, calmer les irritations de la gorge

## Procédé d'obtention d'une solution hydroalcoolique de propolis



# Le contexte de l'étude

La propolis de peuplier se compose d'un très grand nombre de polyphénols, repartis entre acides phénoliques et flavonoïdes



- 1: Apigénine
- 2: Chrysin
- 3: Pinocembrine
- 4: Galangine
- 5: Caffeic acid phenethyl ester



	%volume	% masse
Extrait de propolis	12,8	17,0
Ethanol	55	47,4
Eau	32,2	35,6

## Avantages :

- Solution homogène
- Forte concentration en propolis

## Inconvénients :

- Très forte astringence
- Forte teneur en éthanol (non consommable par les enfants, les femmes enceintes, les personnes de confession musulmane)



# L'objectif et la stratégie

## Objectif

Obtenir une suspension aqueuse de propolis, sans alcool (<0.1%) et à astringence réduite

## Stratégie

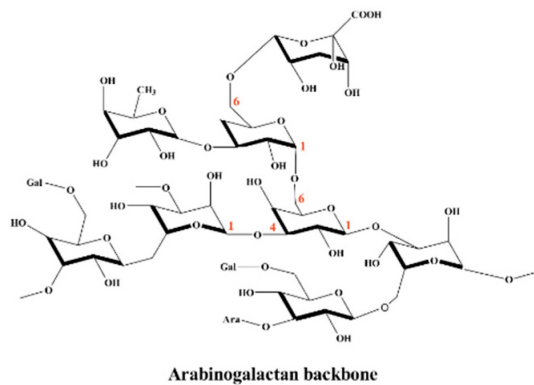
- La solution hydroalcoolique est constituée d'un mélange solvant-antisolvant (éthanol-eau) de l'extrait de propolis
- La solution hydroalcoolique est diluée à l'eau. La baisse de la concentration du solvant (éthanol) provoque la précipitation de l'extrait de propolis
- La propolis est émulsionnée par cisaillement turbulent en présence d'un agent amphiphile de grade alimentaire.

J. Monteil et al., *Composition sous forme d'une suspension aqueuse de propolis*. French Patent, FR 1914266

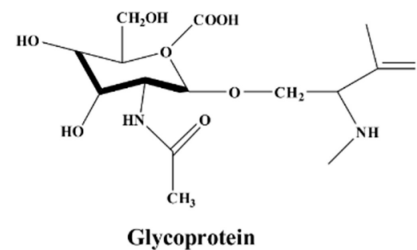


## Agent stabilisant Gomme Arabique (E414)

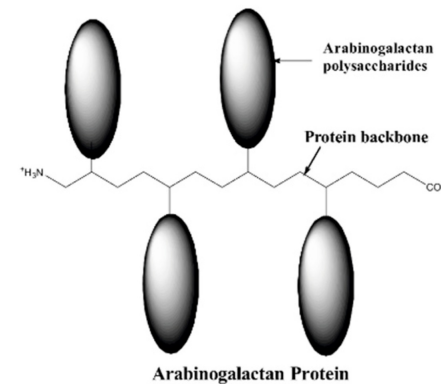
- Mélange de biopolymères amphiphiles
- Fréquemment utilisé en agroalimentaire.
- Soluble dans les solutions hydroalcooliques



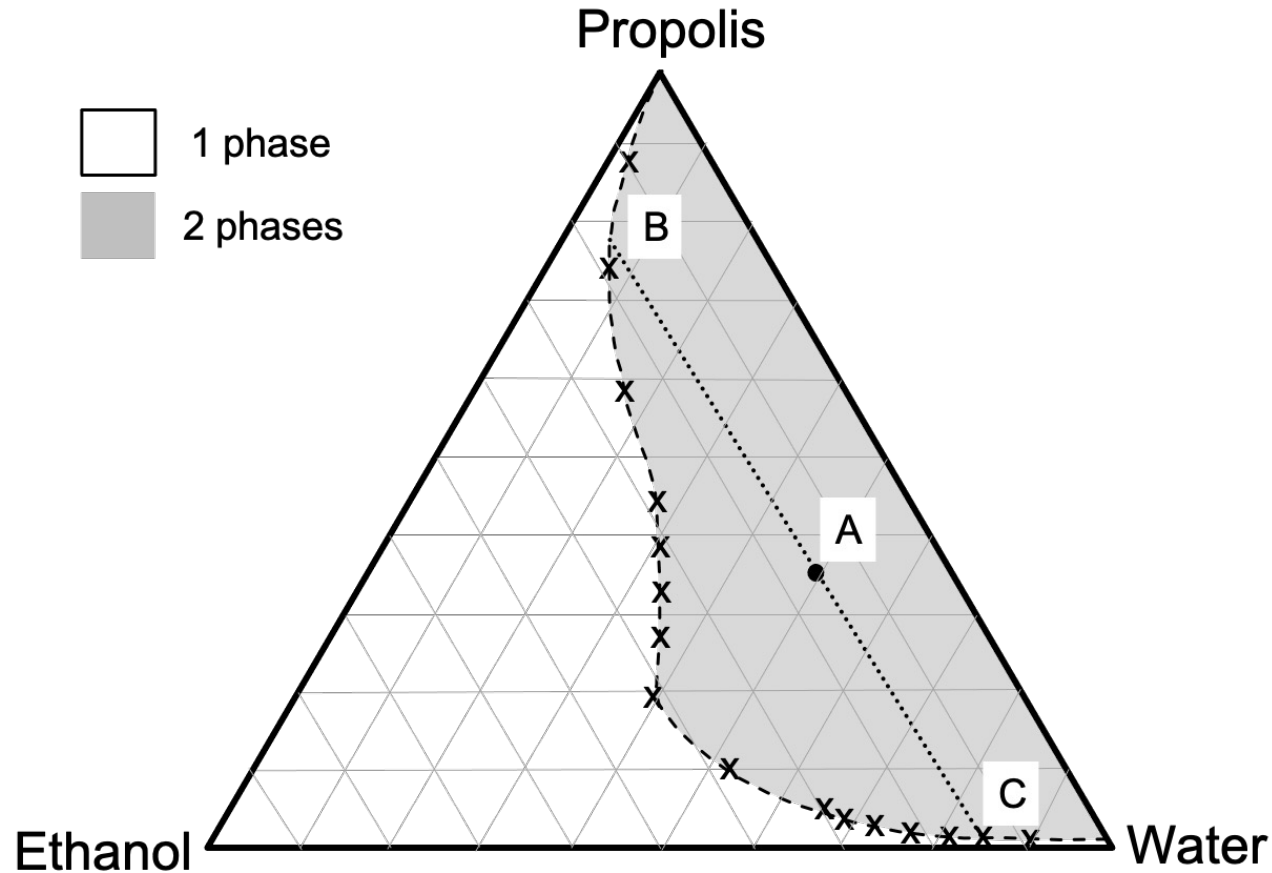
(a)



(b)

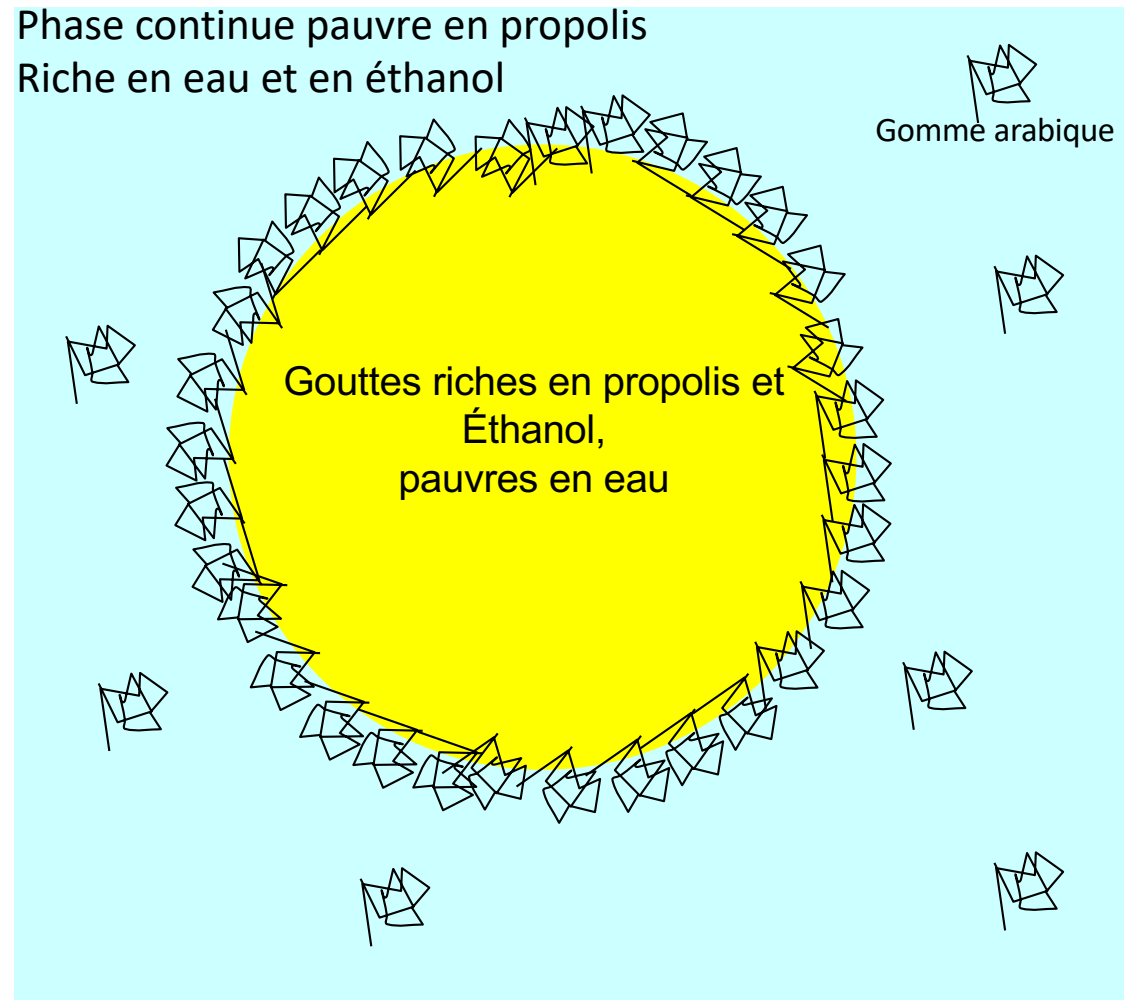


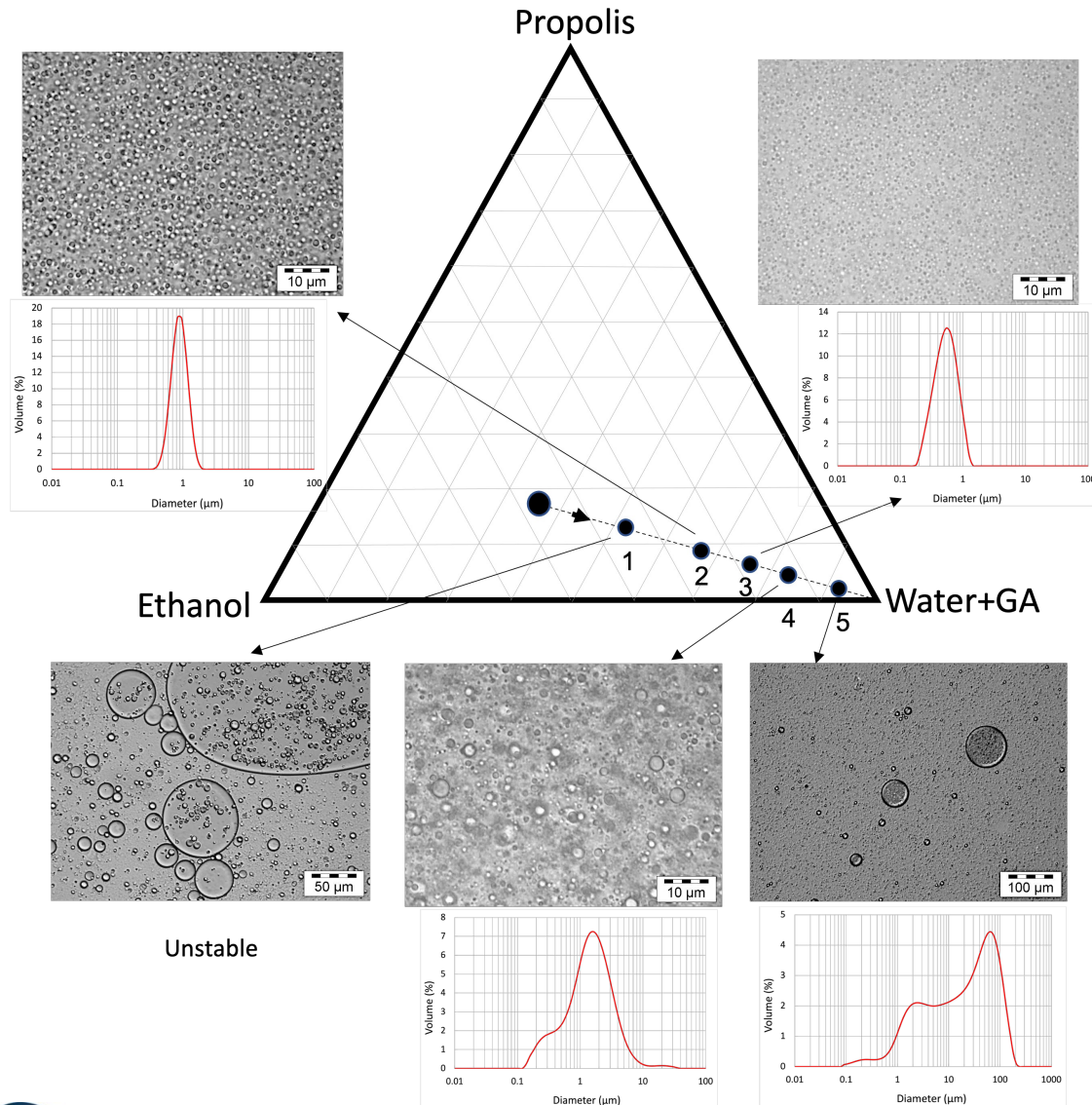
(c)



J. Monteil et al., *Method to prepare aqueous propolis dispersions based on phase separation*. Food Chemistry, 389, 133072 (2022)

Structure colloïdale après ajout d'eau + gomme arabique





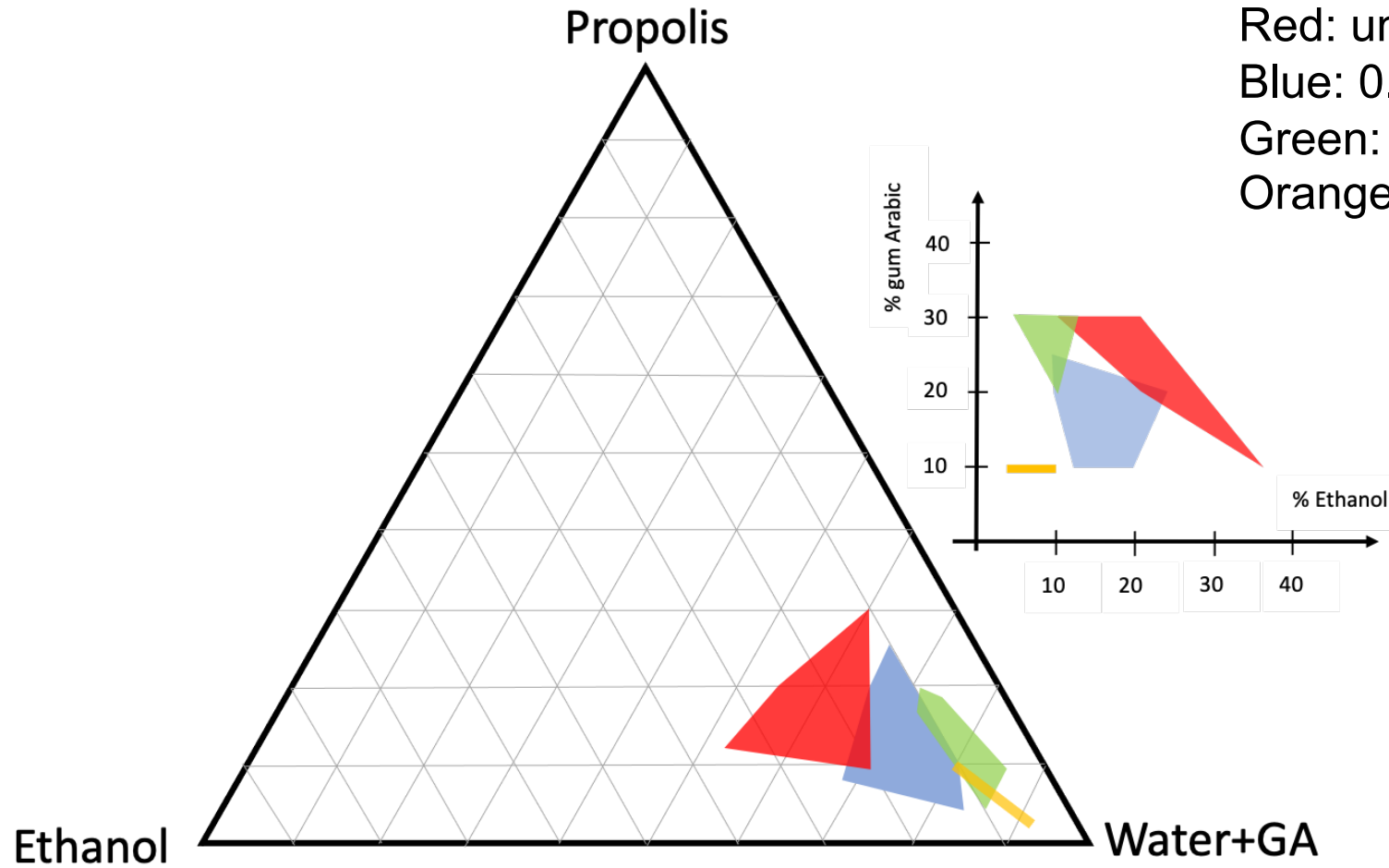
Ultra-Turrax® T25 (IKA, Germany)  
S25 N -25 F rotor-stator head



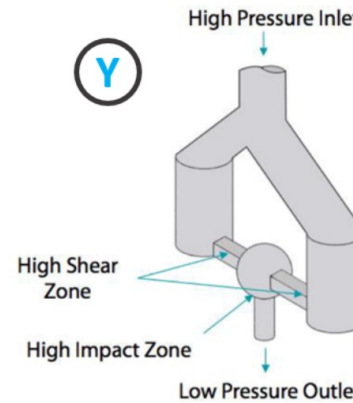
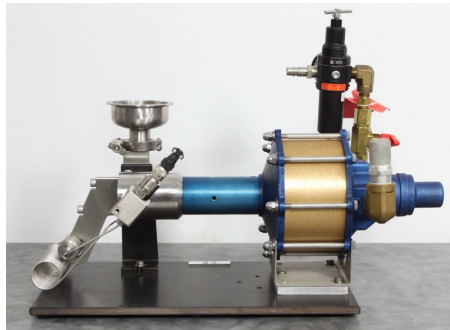
20 g of emulsion  
15 000 rpm  
15 min

10 wt% gum arabic

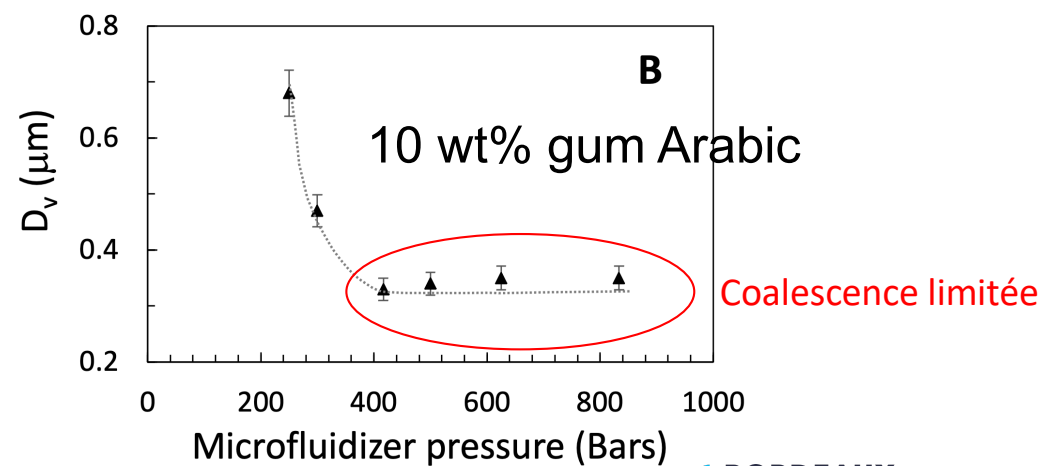
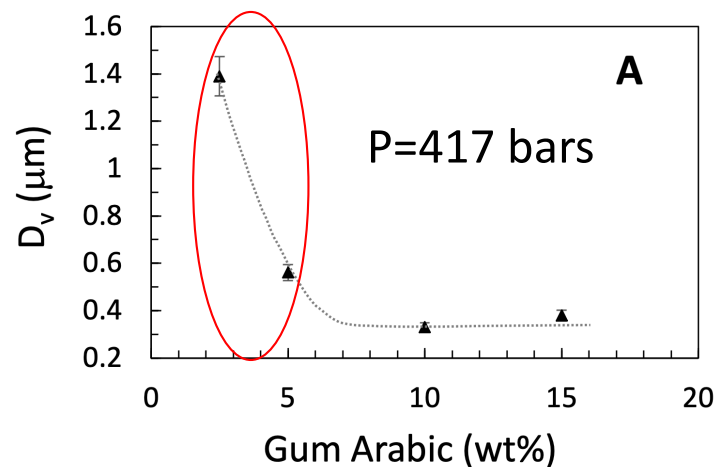
Red: unstable;  
 Blue:  $0.5 \mu\text{m} < D_v < 2 \mu\text{m}$ ;  
 Green:  $D_v < 0.5 \mu\text{m}$ ;  
 Orange:  $D_v > 10 \mu\text{m}$ .



## Emulsification avec un microfluidiseur (Microfluidics M110S, USA)

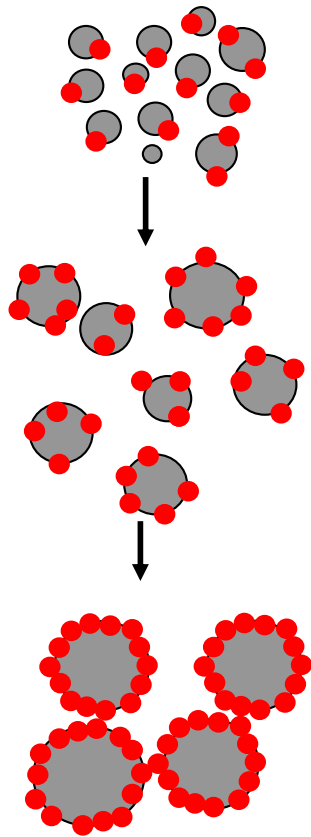


8.5 wt% propolis and 23.7 wt% ethanol,



## Emulsification avec un microfluidiseur (Microfluidics M110S, USA)

Régime de coalescence limitée



$$\frac{1}{D} = \frac{\Gamma m_{ads}}{6V_d}$$

$\Gamma=0.1 \text{ m}^2/\text{mg}$  de gomme arabique adsorbée

Seulement 1 à 10% de la gomme arabique est adsorbée



## Elimination de l'éthanol par distillation partielle

- 100 g d'émulsion
- 45 °C à pression réduite pendant 2h
- Le solvant évaporé est ensuite remplacé par de l'eau pure



Evaporateur Rotatif (Bibby Scientific (Stuart) RE300)

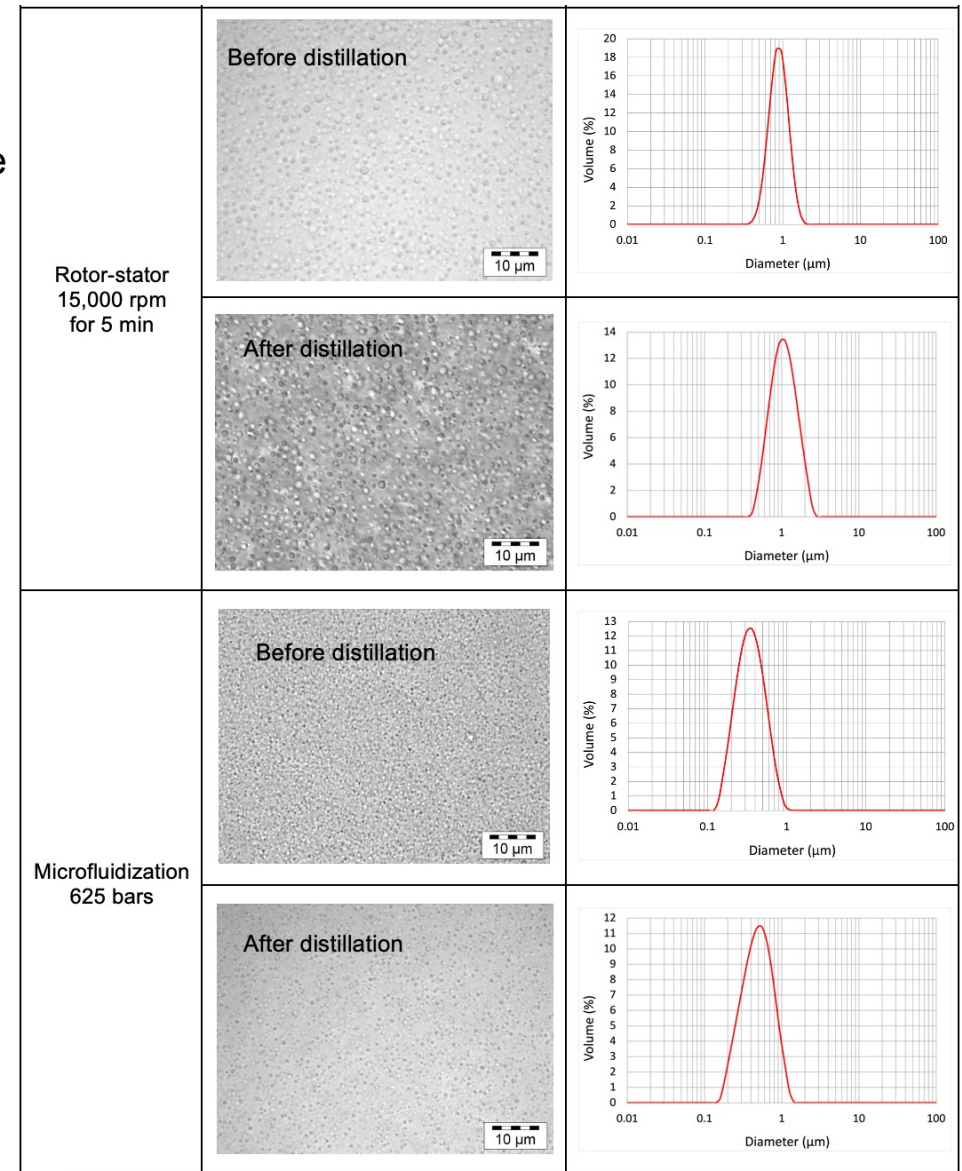
Composition initiale :  
 8.5 wt% propolis,  
 10 wt% GA,  
 23.7wt% éthanol  
 57.8 wt% eau

Composition finale :  
 8.5 wt% propolis,  
 10 wt% GA,  
 81.5wt% eau  
 <0,1% éthanol  
 (via kit enzymatique)

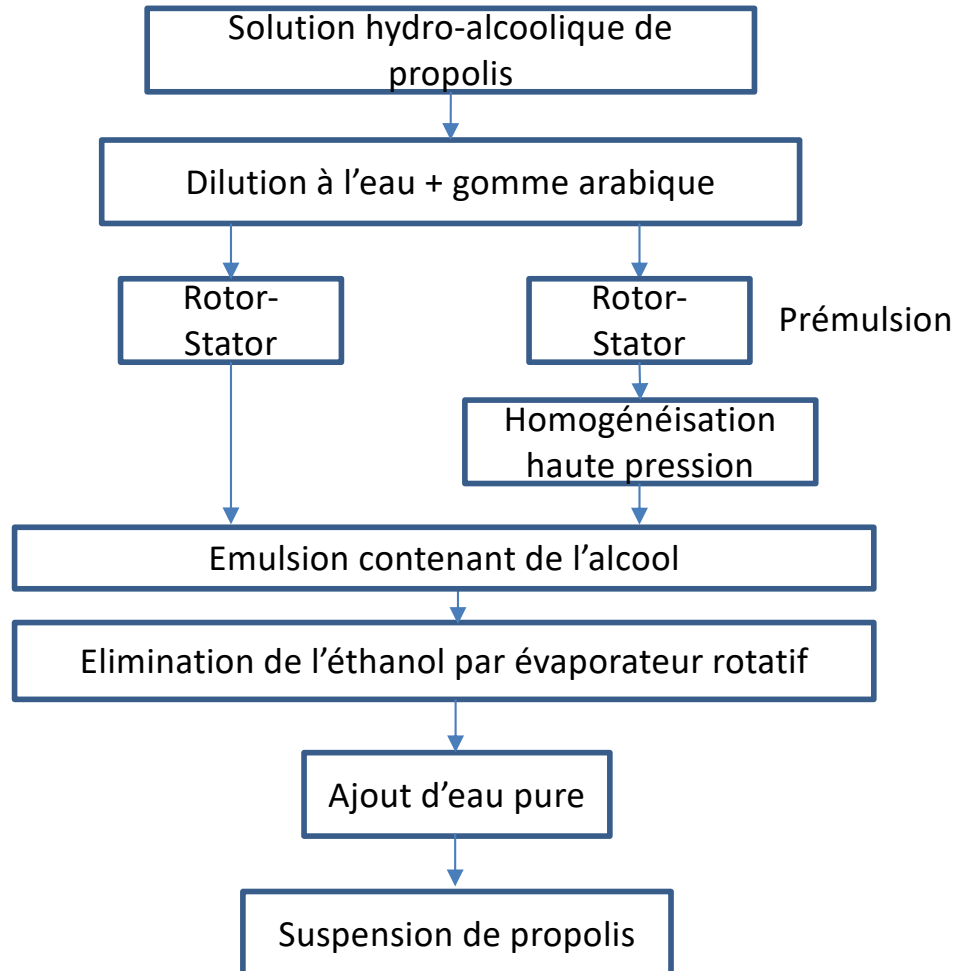
Polyphénols totaux (Folin–Ciocalteu)

30,5±1,6 g/L

29,7±2,1 g/L







**NOUVEAU**  
PROCÉDÉ BREVETÉ



# Conclusion

## Perspectives

**Généralisation de la méthode à d'autres composés actifs à base de sèves végétales :**

- peuplier,**
- brai de bouleau**

**Méthode alternative d'émulsification utilisant l'effet Ouzo (émulsification « spontanée »)**