

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

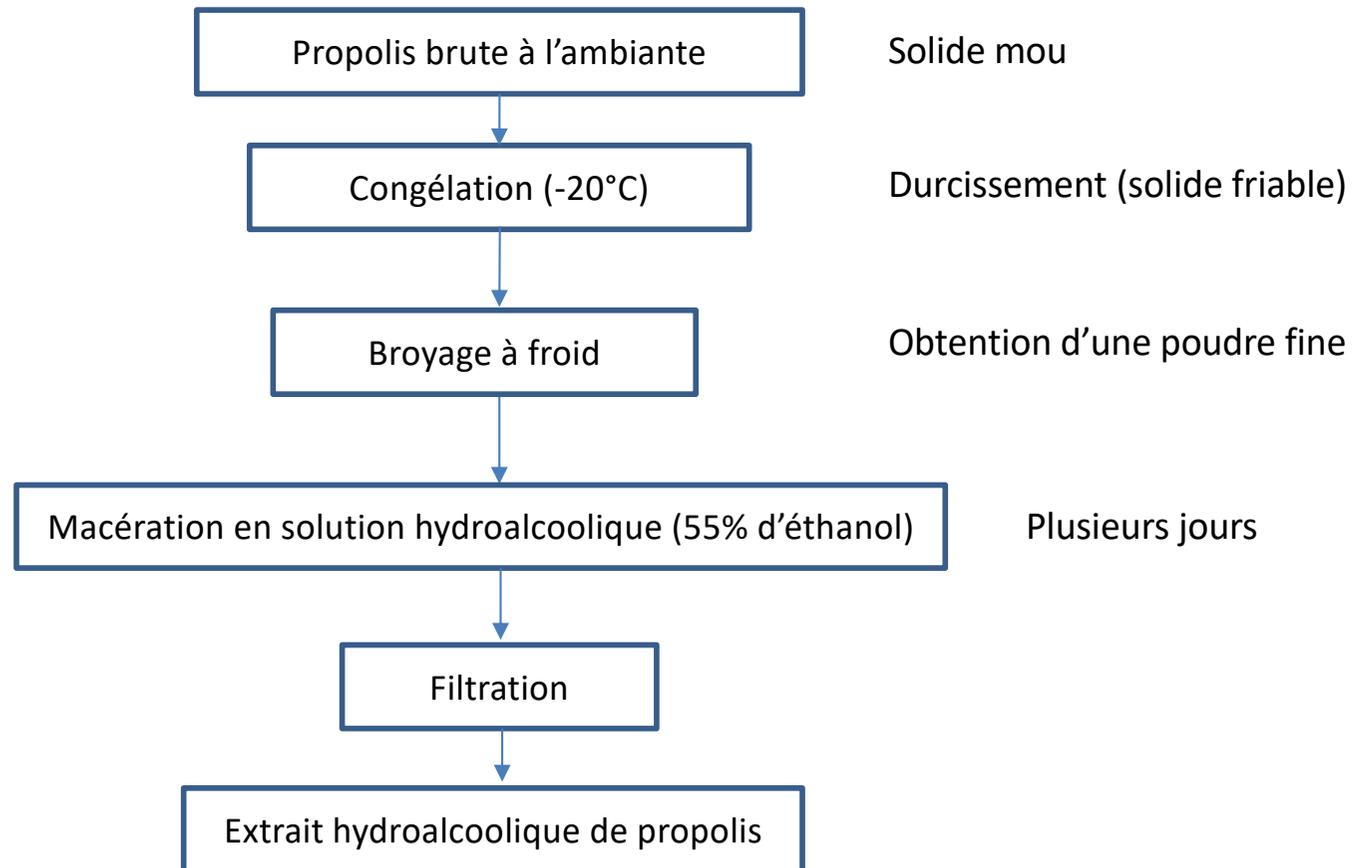
La propolis est très peu soluble dans l'eau et les molécules bioactives qu'elle contient sont très peu biodisponibles. Tout produit à base de propolis doit être concentré si l'on souhaite obtenir un effet significatif.

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 »**)

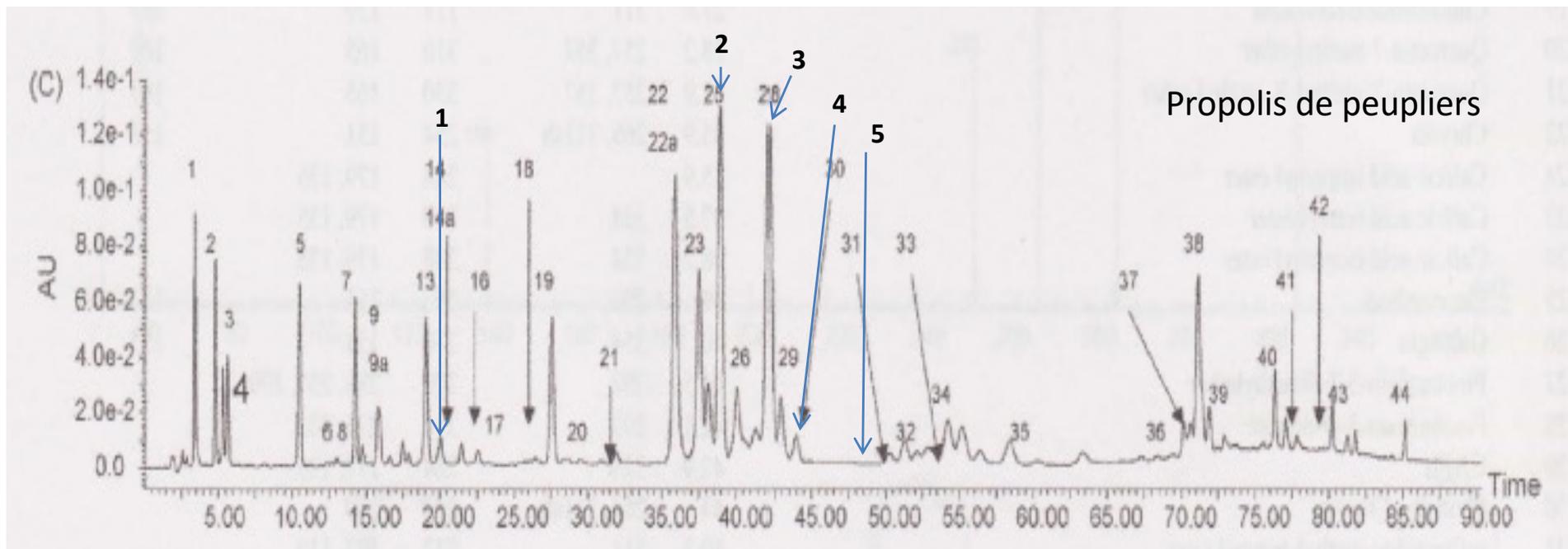
La propolis ultra forte est une version concentrée (10 à 20% en solution). Elle est souvent utilisée pour renforcer le système immunitaire, traiter les affections des voies respiratoires, calmer les irritations de la gorge

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

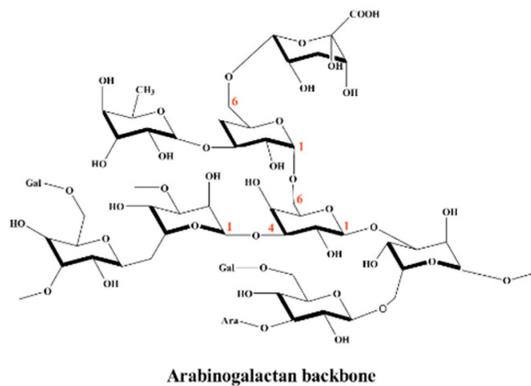
Stratégie

- 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.

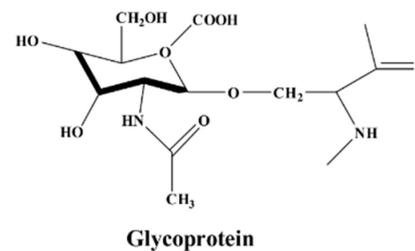
J. Monteil et al., *Composition sous forme d'une suspension aqueuse de propolis*. French Patent, FR 1914266

Agent stabilisant Gomme Arabique (E414)

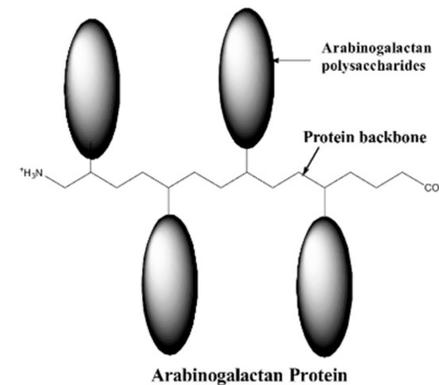
- Mélange de biopolymères amphiphiles
- Fréquemment utilisé en agroalimentaire.
- Soluble dans les solutions hydroalcooliques



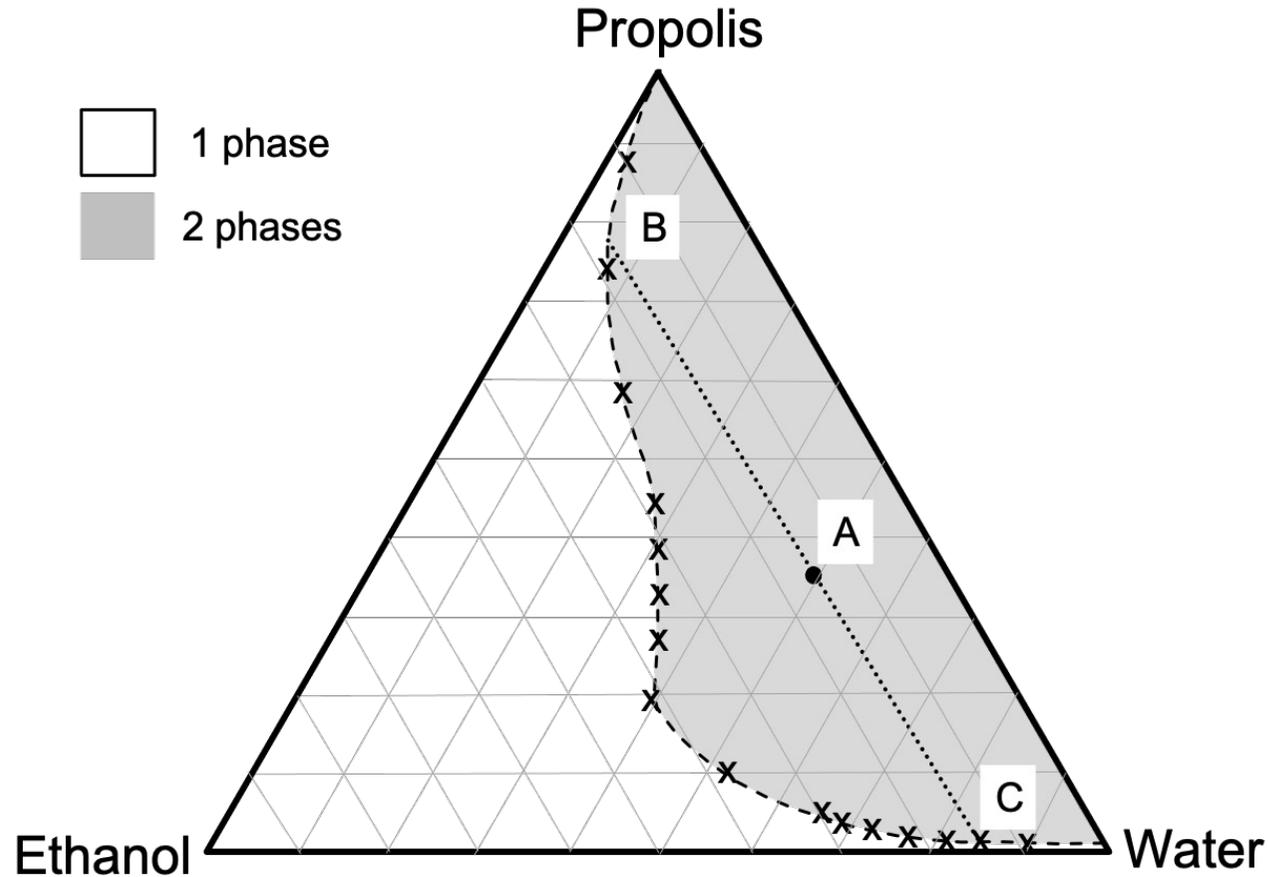
(a)



(b)

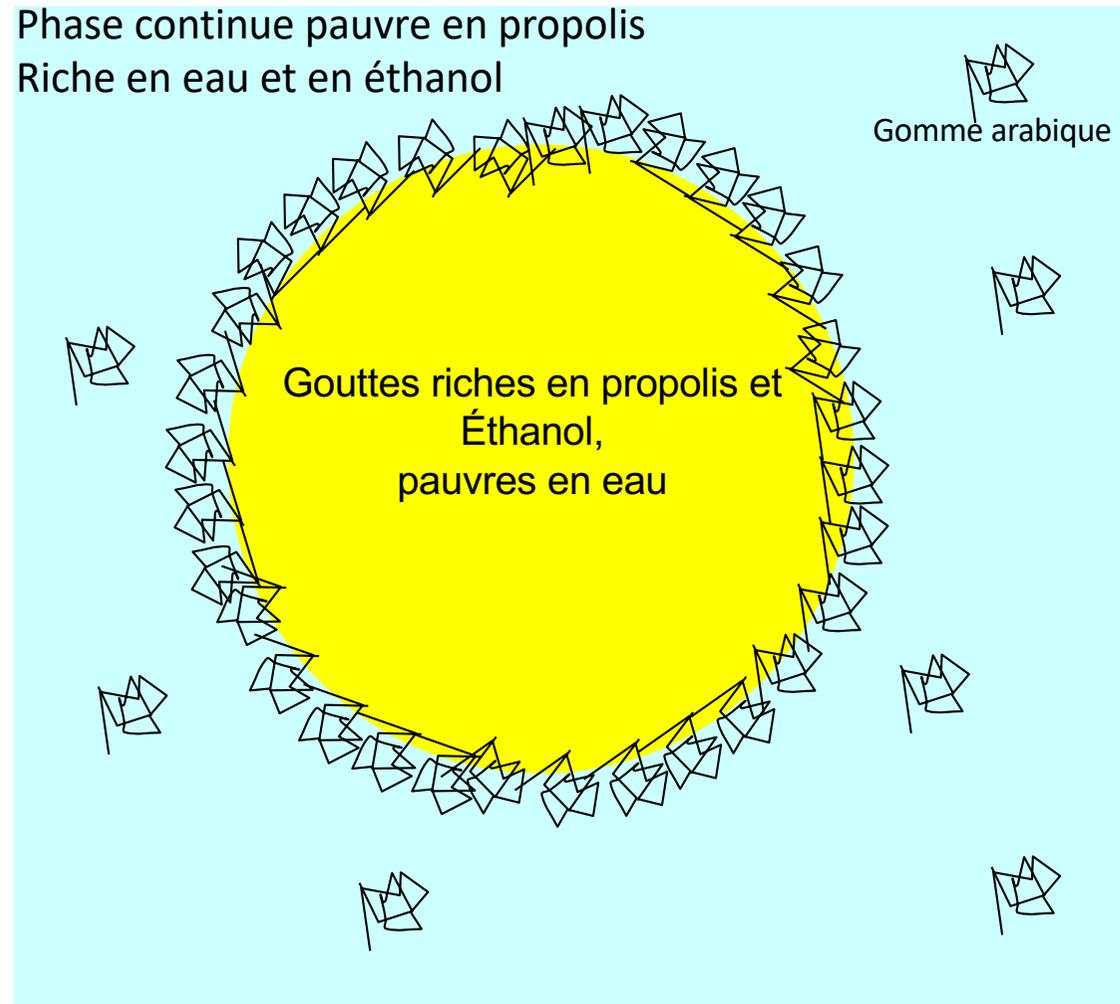


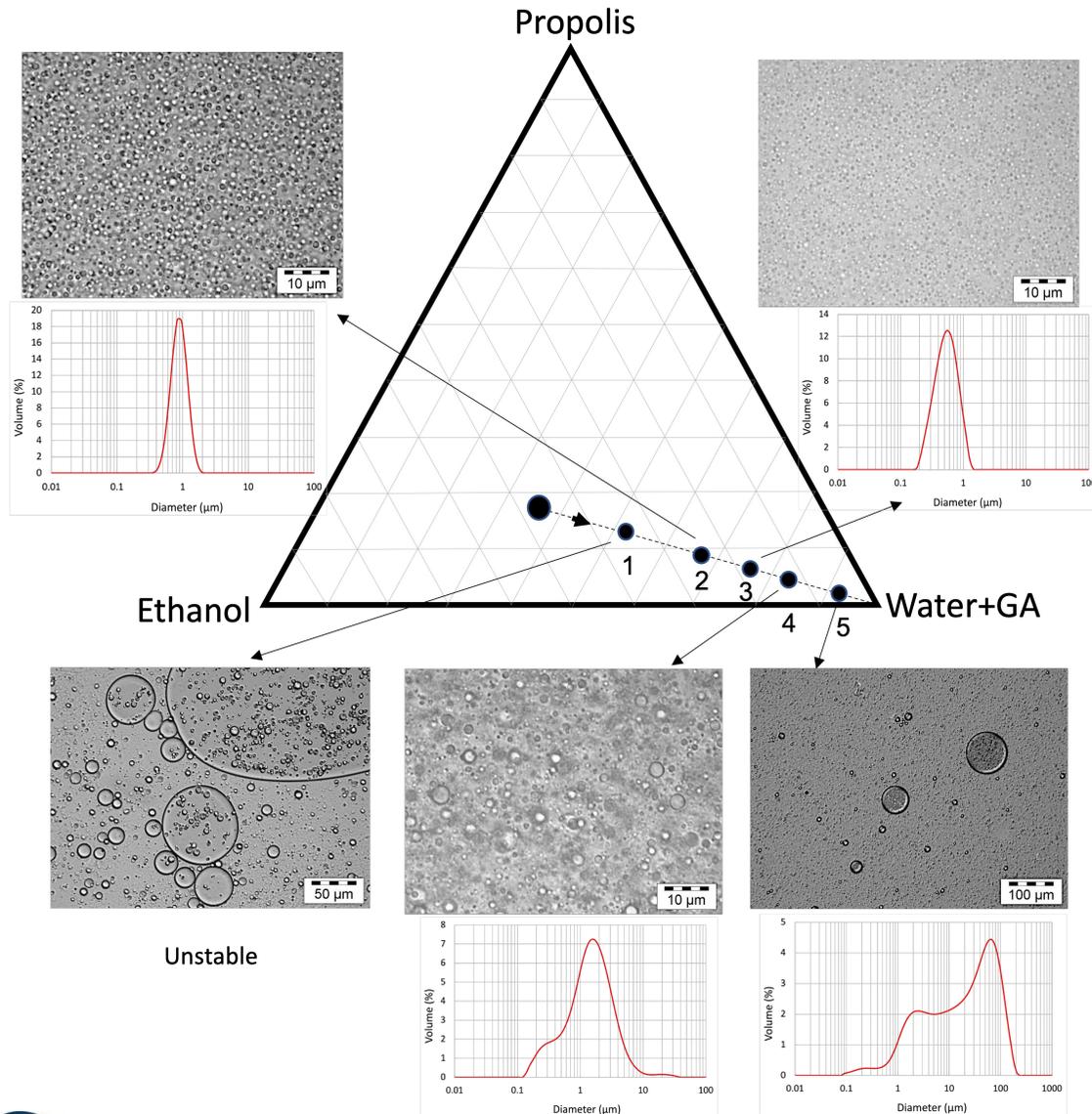
(c)



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





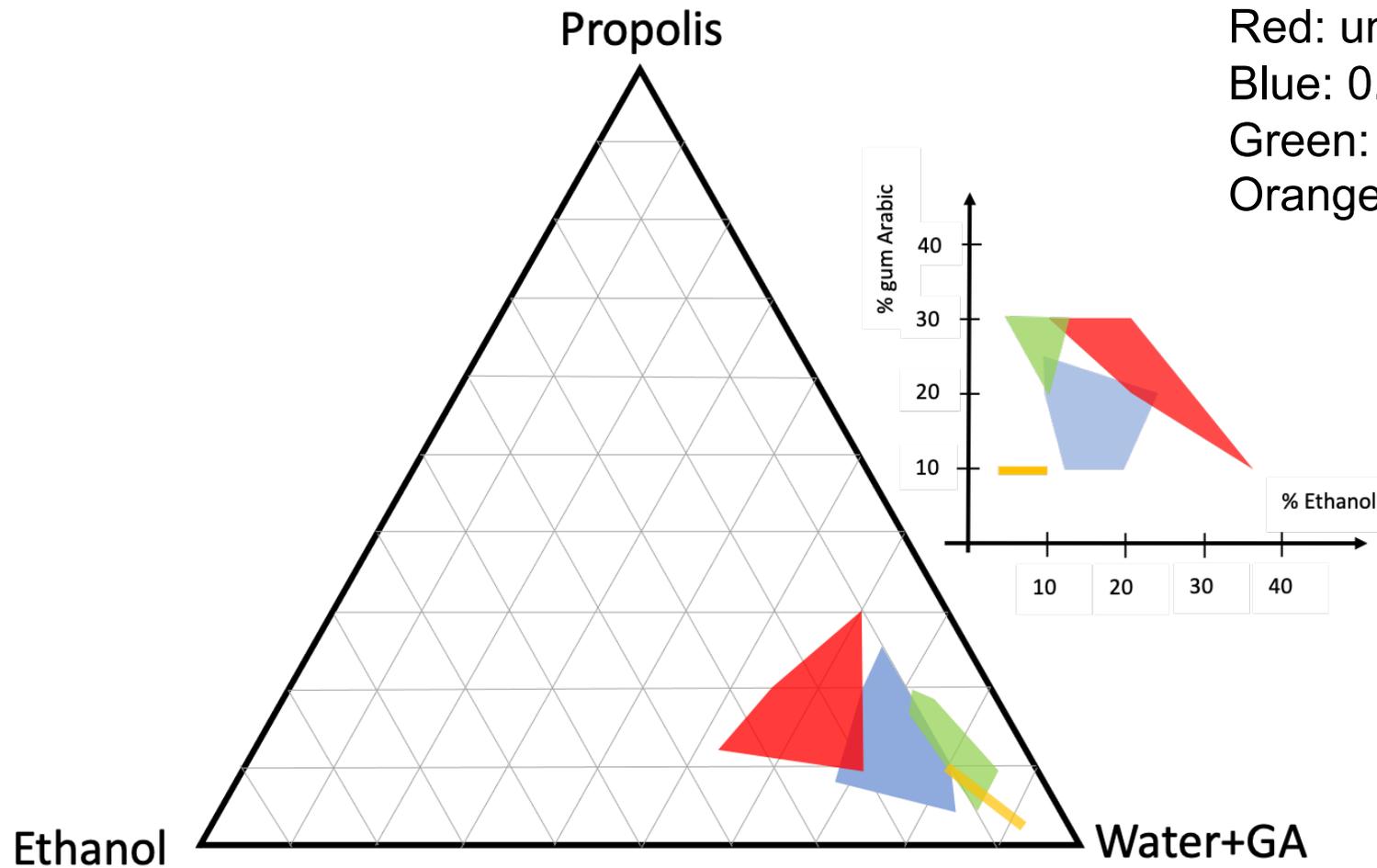
Ultra-Turrax® T25 (IKA, Germany)
S25 N -25 F rotor-stator head



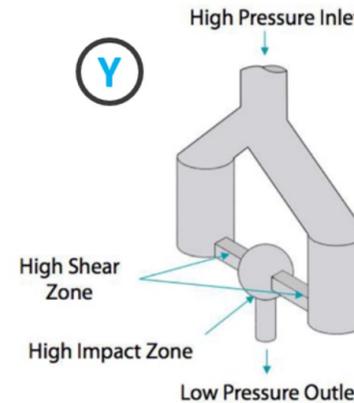
20 g of emulsion
15 000 rpm
15 min

10 wt% gum arabic

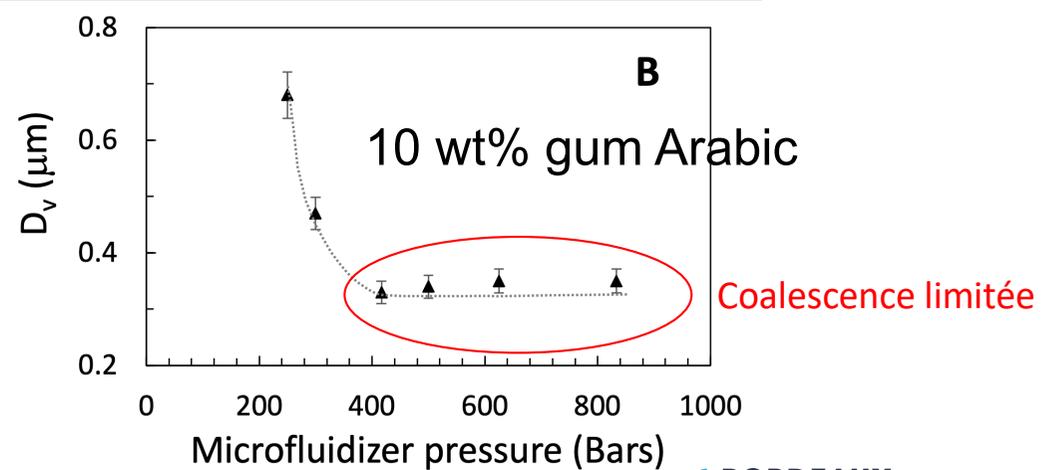
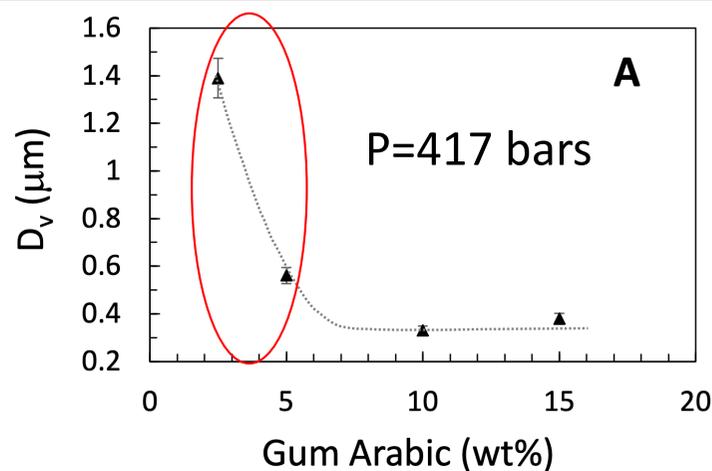
Red: unstable;
 Blue: $0.5 \mu\text{m} < D_v < 2 \mu\text{m}$;
 Green: $D_v < 0.5 \mu\text{m}$;
 Orange: $D_v > 10 \mu\text{m}$.



Emulsification avec un microfluidiseur (Microfluidics M110S, USA)

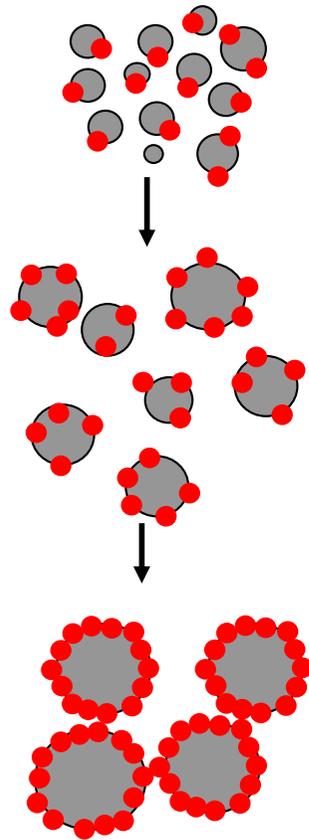


8.5 wt% propolis and 23.7 wt% ethanol,



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)

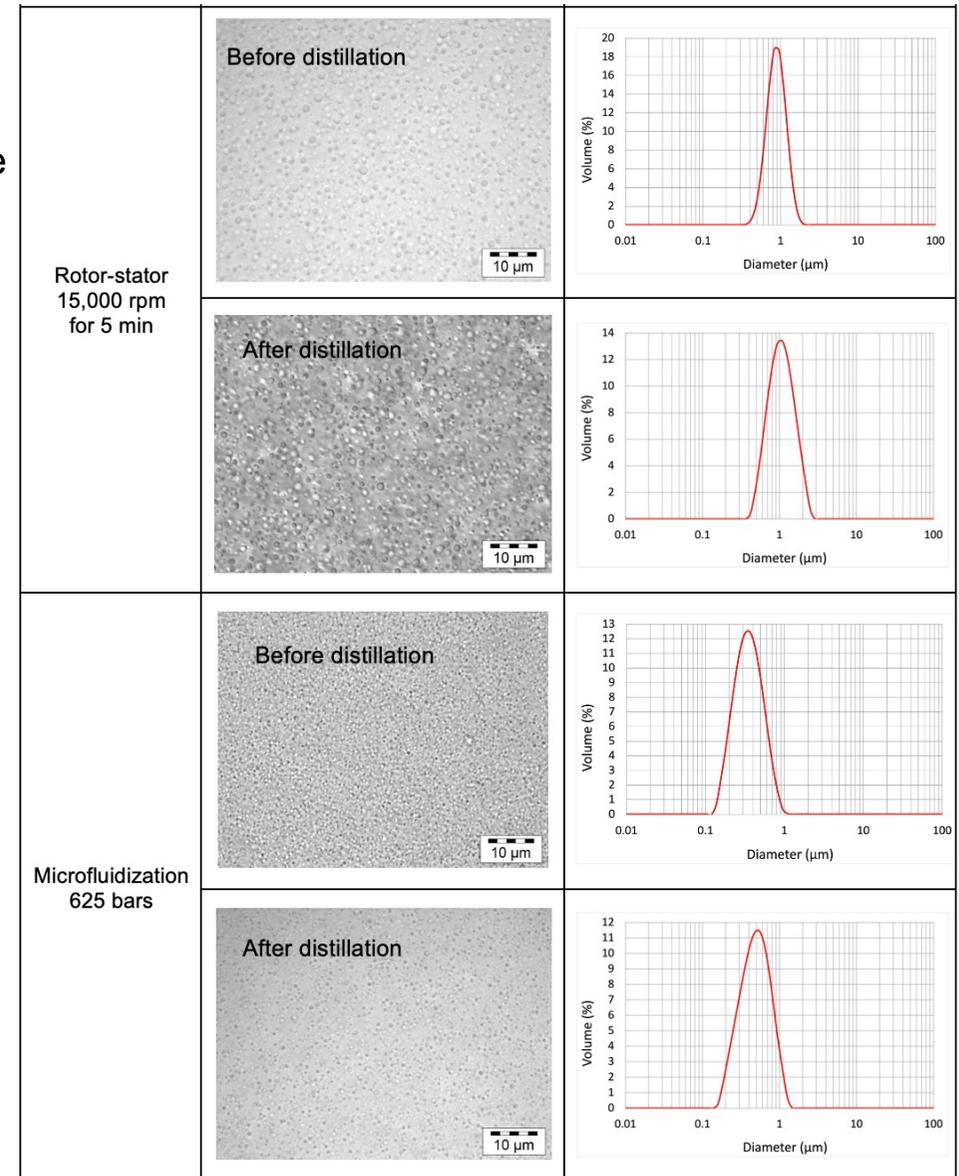
Composition initiale :
 8.5 wt% propolis,
 10 wt% GA,
 23.7wt% éthanol
 57.8 wt% eau

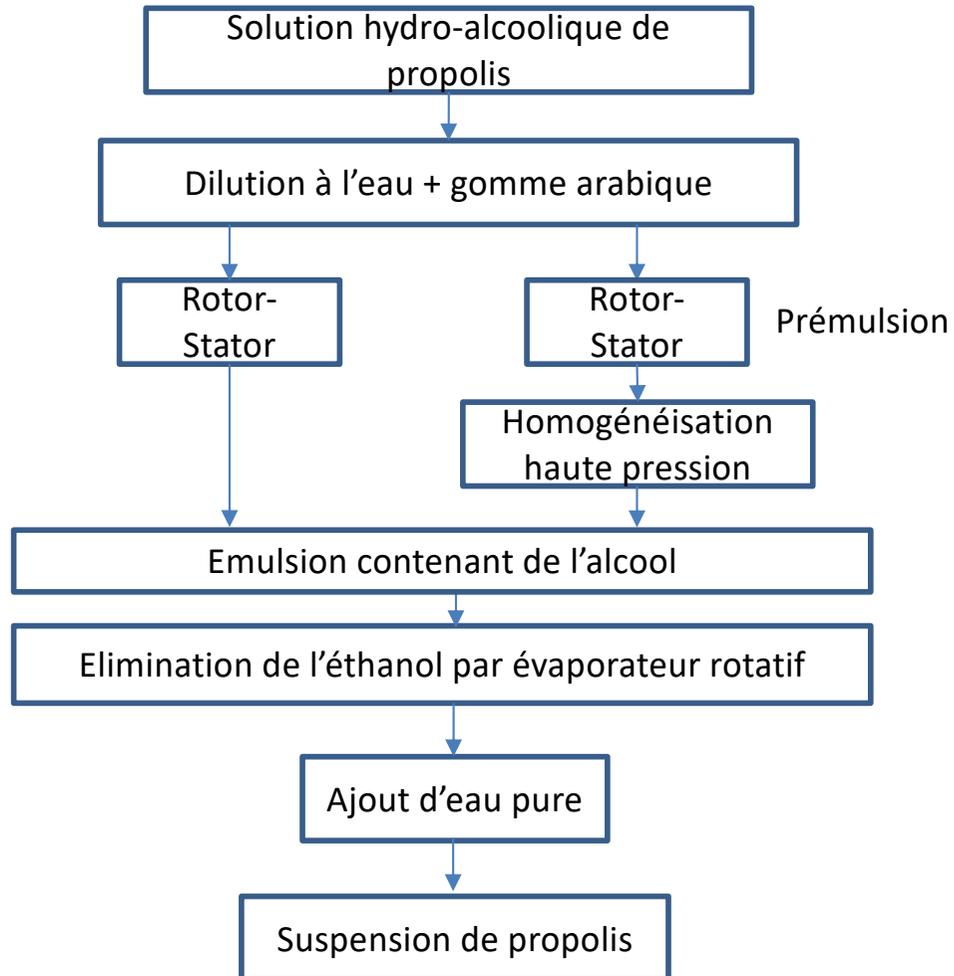
Composition finale :
 8.5 wt% propolis,
 10 wt% GA,
 81.5wt% eau
 <0,1% éthanol
 (via kit enzymatique)

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 »)