Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 104 - 2013
ISSN: 1775-335X ; ISBN: 978-2-910239-78-7, Ed. SFGP, Paris, France

Cinétique d'extraction de substances actives de chardon aux ânes (Onopordum acanthium). Capacité antioxydant des extraits

DIANKOV Svetlomir[a*], PARLAPANSKA Kamelia[a], HINKOV Ivaylo[a], KARSHEVA Maria[a]
[a] Université de Technologie Chimique et de Métallurgie, Sofia, Bulgarie
8 boul. St Kliment Ohridski, Sofia 1756, Bulgarie

Résumé

Les plantes médicinales sont une source tant moderne qu'ancienne de produits pharmaceutiques et médicaux, y compris pour la médecine vétérinaire. En général, les substances actives d'origine naturelle sont bien acceptées par le corps humain grâce à son action douce et peu d'effets allergisants. Ils sont utilisés dans de nombreux suppléments naturels, tels que des composées phytochimiques et provitamines. Les polyphénols sont largement présents dans de nombreux fruits, légumes, graines et d'autres organes des plantes. Leurs propriétés antioxydants, antibactériennes et antiallergiques ont été mises en évidence dans de nombreuses publications. Les polyphénols sont un produit secondaire du métabolisme des végétaux et représentent généralement des acides phénoliques, des flavonoïdes et des proanthocyanidines.
L'extraction est menée 60 minutes à température ambiante avec un rapport matière primaire/solvant 0,1 g/ml. Le solvant utilisé est un mélange éthanol – eau en différent concentrations : 0, 20, 50, 70 %vol. La cinétique du processus d'extraction est suivie dans la phase liquide. L'allure de la courbe est typique, un plateau est atteint après 40 minutes. La valeur de la masse totale des extraits est maximale, avec le solvant contenant 20 %vol. d'éthanol. Les résultats obtenus avec 50 et 70 %vol. d'éthanol sont très proches, la quantité extraite étant la moitié de celle avec 20 %vol. Les quantités extraites avec de l'eau pure sont nettement inférieures.
Le contenu total en polyphénols est déterminé par la méthode Folin-Ciocalteu pour les échantillons de la 60ème minute. La valeur maximale de TPC (EGA) est 7,96 mg/g obtenu avec un solvant contenant 20 % vol. d'éthanol.
La capacité antioxydant a été étudiée par la méthode DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl).
La quantité minimale d'extrait qui neutralise 50 % des radicaux libres et donc présente une capacité antioxydant maximale est IC50% = 0,64 g/l, aussi obtenu avec un solvant contenant 20 %vol. d'éthanol.
Nous pouvons conclure qu'un rapport proportionnel intéressant a été observé entre la masse totale de l'extrait, son contenu en polyphénols et la capacité antioxydant.

Mots-clés : chardon aux ânes, extraction solide-liquide, cinétique, capacité antioxydant

1. Introduction

Les plantes médicinales sont une source tant moderne qu'ancienne de produits pharmaceutiques et médicaux, y compris pour la médecine vétérinaire. En général, les substances actives d'origine naturelle sont bien acceptées par le corps humain grâce à son action douce et peu d'effets allergisants. Ils sont utilisés dans de nombreux suppléments naturels, tels que des composées phytochimiques et provitamines. Les polyphénols sont largement présents dans de nombreux fruits, légumes, graines et d'autres organes des plantes. Schriner et al. (2009), Boveris et Puntarulo (1998), Bucić-Kojić et al. (2007), Moure et al. (2001), Dizhbite et al. (2004), Leong, Shui (2002) ont mis en évidence leurs propriétés antioxydants, antibactériennes et antiallergiques. Actuellement, la substitution des antioxydants de synthèse, tels que le butylhydroxyanisol (BHA) autrement appelé E320 et le butylhydroxytoluol (BHT), l'E321, par des antioxydants d'origine naturelle est fortement approuvée pour la réalisation des divers produits. En effet, le BHA et le BHT sont suspectés d'avoir des effets toxiques [Moure et al. (2001)] et plus précisément de provoquer des dommages hépatiques [Ak, Gülçin (2008)]. Les polyphénols sont un produit secondaire du métabolisme des végétaux et représentent généralement des acides phénoliques, des flavonoïdes et des

proanthocyanidines [Schriner et al. (2009)]. Pour séparer, par dissolution dans un liquide, les composants de valeur du solide, l'extraction solide-liquide est une opération largement appliquée. Il existe de nombreuses techniques d'extractions des polyphénols issus de matières primaires végétales, comme l'extraction par solvant alcoolique ou organiques [Anagnostopoulou et al. (2006) et Li et al. (2006)], l'extraction par l'eau chaude [Jeong et al. (2004)], l'extraction par fluide supercritique [Yu et al. (2007)], l'extraction alcaline [Bocco et al. (1998)], mais aussi l'extraction enzymatique [Li et al. (2006)]. Néanmoins, l'utilisation de température élevée et d'un temps d'extraction trop long peuvent entrainer une dégradation des polyphénols ou peuvent poser des problèmes de santé, comme les allergies dus à l'utilisation d'enzymes et toxiques dus à l'utilisation de solvants non appropriés pour la santé humaine [Karman Khan et al. (2010)]. Les différentes composées antioxydants possèdent une différente polarité ce qui influence le choix de solvant. Un solvant approprié permettrait d'obtenir des extraits plus riches en substances de valeur [Li et al. (2006)]. Les solvants polaires sont convenables pour extraire des polyphénols ; l'éthanol, l'eau et le mélange entre eux en différentes proportions sont parmi les solvants les plus utilisés en raison de sa non-toxicité, son cout modéré et la possibilité d'incorporer les extraits obtenus dans la composition des produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques [Chrubasika et al. (2007)]. Le chardon aux ânes est répandu dans l'Europe de sud et l'Europe centrale. La plante possède une action diurétique, renforçant la sécrétion des glandes et montre aussi une action antimicrobienne et antibiotique. Médecine traditionnelle bulgare utilise l'extrait de chardon pour tonifier et rafraîchir le corps. En petites quantités l'extrait stimule le système nerveux central, améliore la fonction cardiaque et réduit la pression artérielle [Petkov (1982)].

2. Matériels et méthodes

La matière primaire utilisée est chardon aux ânes (Herba Onopordonis acanthii), produit par 'Bilkocoop' Bulgarie, récolte 2009.
La détermination du TPC nécessite le réactif de Folin-Ciocalteu, provenant de la société SIGMA, à 2N.
Le DPPH• Alfa Aesar ® ((2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl), nécessaire à la détermination de l'activité antioxydant, provient de la société A Johnson Matthey Company.
L'éthanol à 96% (Valerus) et le méthanol à 99,9% (LabScan) sont utilisés. L'eau est distillée.
Les particules solides de chardon aux ânes sont fraisées et, après un tamisage, la fraction de taille inférieure à 1 mm est récupérée pour les expériences.
La masse de tous les échantillons est mesurée par une balance Sartorius Analitic, de précision ±0,1 mg.
Les analyses spectrophotométriques sont réalisées avec un spectrophotomètre Helios β (Unicam, USA).
Les courbes d'étalonnage sont tracées pour cet étude conformément la méthodologie proposée par Singleton et al. (1999) et Brand-Williams et al. (1995).
L'extraction est menée 60 minutes à température ambiante avec un rapport matière primaire/solvant 0,1 g/ml. Le solvant utilisé est un mélange éthanol – eau en différent concentrations : 0, 20, 50, 70 % vol.
La cinétique du processus d'extraction est suivie dans la phase liquide (fig.1). L'allure de la courbe est typique, un plateau est atteint après 40 minutes. La valeur de la masse totale des extraits est maximale, avec le solvant contenant 20 % vol. d'éthanol. Les résultats obtenus avec 50 et 70 % vol. d'éthanol sont très proches, la quantité extraite étant la moitié de celle avec 20 %vol. Les quantités extraites avec de l'eau pure sont nettement inférieures.
Le contenu total en polyphénols est déterminé par la méthode Folin-Ciocalteu pour les échantillons de la 60ème minute. La valeur maximale de TPC (EGA) est 7,96 mg/g obtenu avec un solvant contenant 20 % vol. d'éthanol.
La capacité antioxydant a été étudiée par la méthode DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl).

3. Résultats et discussion

La cinétique du processus a été étudiée dans la phase liquide pour des différentes concentrations d'éthanol dans le solvant. La masse de la substance totale extraite est déterminée après le séchage (jusqu'à poids constante) d'un volume fixé de la phase liquide. Le rapport solide-liquide est 3 g/ 30 ml. Les résultats obtenus avec 0, 20, 50 et 70 % vol. sont comparés sur la figure 1.

ISSN: 1775-335X ; ISBN: 978-2-910239-78-7, Ed. SFGP, Paris, France

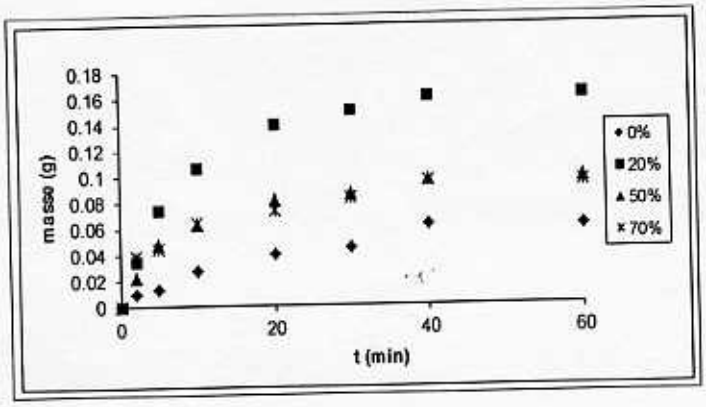

Figure 1. Cinétique d'extraction avec différentes compositions du solvant

Sur la figure on voit l'allure typique des courbes cinétiques sur lesquelles on distingue un domaine initial correspondant à la dissolution et l'extraction des substances à la surface des particules solides (faible résistance diffusionnelle), puis le processus est ralenti (dissolution simultanée à la surface et dans l'intérieure de la particule), et, finalement un plateau est atteint après 40ème minute. Les résultats montrent que la quantité de la masse extraite est maximale avec un titre volumique en éthanol égale à 20 %. Les résultats obtenus avec 50 et 70 % vol. sont presque superposés, la masse des extraits étant toutefois environ 60 % inférieure par rapport la maximale (20 % vol.). L'extraction avec de l'eau pure s'affiche moins effective en regard de la masse extraite. A la base des résultats obtenus on peut tenir la conclusion qu'une augmentation du titre volumique en éthanol au-delà de 20% ne contribue pas au rendement.
Le contenu total en polyphénols (en mg équivalent acide gallique par g matière solide) est déterminé par la méthode Folin-Ciocalteu. L'évolution de TPC avec le temps dans les extraits est suivie pour le solvant contenant 20 % vol. d'éthanol. La cinétique est présentée sur la figure 2.

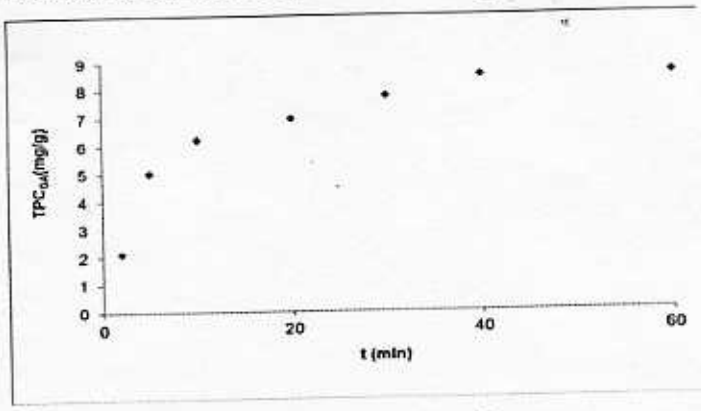

Figure 2. Evolution de TPC avec le temps

La courbe cinétique obtenue pour le TPC suit la même allure que celle de la masse d'extrait sec.
Pour les autres titres volumiques en éthanol, le TPC est mesuré pour la 60ème minute. Les valeurs sont respectivement : 0 % - 4,09 mg/g ; 50 % - 4,58 mg/g et 70 % - 4,55 mg/g. La valeur maximale de TPC est 7,96 mg/g obtenu avec un solvant contenant 20 % vol. d'éthanol. Les résultats obtenus sont comparés sur la figure 3.

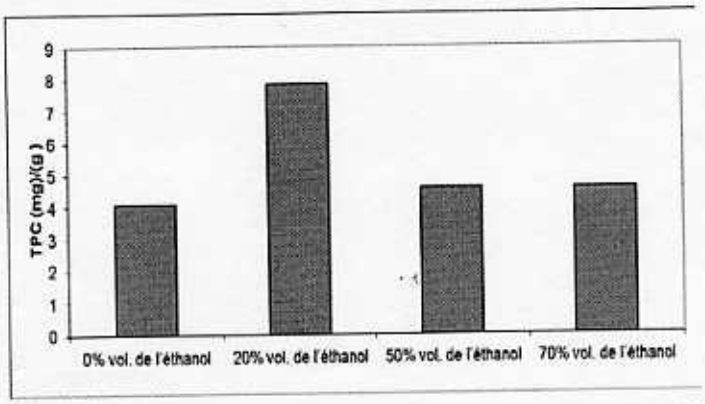

Figure 3. TPC pour les différents titres volumiques en éthanol (0%, 20%, 50%,70%).

La quantité minimale d'extrait qui neutralise 50 % des radicaux libres et donc présente une capacité antioxydant maximale est IC50% = 30,59 ml/l, obtenu avec un solvant contenant 20 % vol. d'éthanol et pour la 60ème minute. Cependant on observe une différente tendance : la pire capacité antioxydant est mesurée avec 50 %, dépassée par celle obtenue avec de l'eau pure et encore par 70 % titre volumique en éthanol dans le solvant. Les résultats sont montrés sur la figure 4.

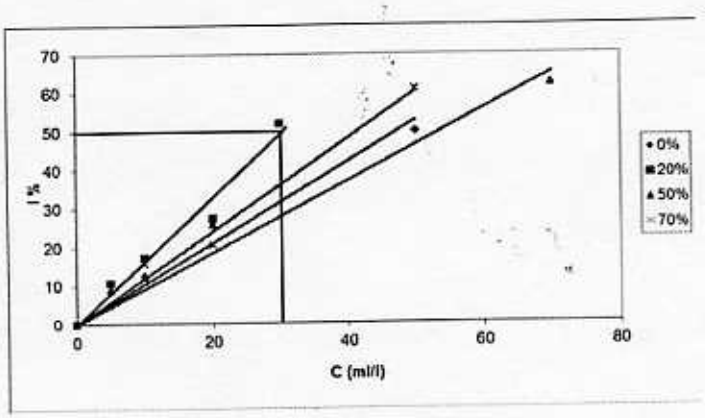

Figure 4. AOC pour les différents titres volumique

4. Conclusions

En ce qui concerne l'objet de cette étude (le chardon aux ânes), nous pouvons conclure qu'un rapport proportionnel intéressant a été observé entre la masse totale de l'extrait, son contenu en polyphénols et la capacité antioxydant. Après la 40ème minute du processus n'est pas observée une variation significative de la quantité extraite et son contenu en polyphénols. Le maximum du contenu total en polyphénols, la capacité antioxydant et la masse totale des extraits a été obtenu avec un titre volumique 20 % d'éthanol dans le solvant.

Remerciements : Ce papier a été réalisé avec l'aide financière du Fonds Social Européen, le numéro de projet BG051PO001-3.3.06-0014. L'auteur est responsable du contenu de ce document, et en aucun cas ne peut être considéré comme une position officielle de l'Union européenne et le ministère de l'Éducation et des Sciences de Bulgarie.