

ÉTUDES SUR L'EXTRACTION DE COMPOSÉS PHÉNOLIQUES DE VIGNE BAGUETTES

STUDII PRIVIND EXTRAȚIA COMPUSILOR FENOLICI DIN COARDELE DE VIȚĂ DE VIE

**FILIMON Roxana^{1*}, FILIMON V.R.¹,
PATRAȘ Antoanela², ROTARU Liliana²**

*Auteur correspondant e-mail: roxanacotovanu@yahoo.com

Résumé. Étant donné que la taille de la vigne produit chaque année une grande quantité de déchets inutilisables, le but de cette étude était d'évaluer le potentiel des baguettes de vigne à être utilisées comme source naturelle de composés bioactifs pour les industries alimentaire, pharmaceutique et cosmétique. Afin d'optimiser les procédures d'extraction phénoliques, les baguettes de vigne de raisin de Cabernet Sauvignon ont été extraites avec diverses concentrations d'éthanol (0, 50, 70, 90 et 96%) et d'hydroxyde de sodium 1N, dans un rapport matière végétale/solvant de 1:10. Pour purification ultérieure sur des cartouches C₁₈ SPE préconditionnées, les surnageants ont été concentrés à sec dans un évaporateur rotatif sous vide. Après avoir déterminé la concentration optimale en solvant, le temps (<300 min) et la température (20, 40, 60 °C) nécessaires pour maximiser l'extraction des composés phénoliques ont été testés. La concentration la plus élevée en polyphénols a été obtenue lorsque l'extraction a été réalisée sur des baguettes de vigne broyées (particules <0,5 mm), avec une solution d'éthanol 70%, 4 heures à 60 °C. Après application de températures élevées, l'activité antioxydante et le pouvoir réducteur ferrique des extraits sont restés élevés (94,01% de DPPH nettoyé). Les résultats de la recherche indiquent que les baguettes de vigne sont sources durables de composés polyphénoliques avec fonction sanogène, actuellement inexploitées au potentiel technologique et économique réel.

Mots-clés: vigne baguettes, composés polyphénoliques, Cabernet Sauvignon

Rezumat. Deoarece tăierile anuale ale viței de vie produc o mare cantitate de deșeuri inutilizabile, scopul acestui studiu a fost de a evalua potențialul utilizării coardelor de viță de vie ca sursă naturală de compuși bioactivi pentru industria alimentară, farmaceutică și cosmetică. Pentru a optimiza procedura de extracție a compușilor fenolici, coardele soiului Cabernet Sauvignon au fost supuse extracției cu etanol (0, 50, 70, 90 și 96%) și hidroxid de sodiu 1 N, în raport de 1:10 (m:v). Pentru purificarea ulterioară pe cartușe C₁₈ SPE precondiționate, supernatantul a fost concentrat la sec prin evaporare în vid. După determinarea concentrației optime de solvent, au fost testate timpul (<300 min) și temperatura (20, 40, 60 °C) necesare pentru maximizarea extracției compușilor fenolici. Cea mai ridicată concentrație de compuși fenolici a fost obținută atunci când extracția a fost efectuată pe material vegetal mărunțit (particule <0,5 mm), cu etanol 70%, 4 ore la 60 °C. După aplicarea

¹Station de Recherche et Développement pour Viticulture et Vinification Iasi, Roumanie

²Université des Sciences Agronomiques et de Médecine Vétérinaire Iasi, Roumanie

temperaturilor ridicate, activitatea antioxidantă a extractelor a rămas ridicată (94,01% DPPH inhibat). Rezultatele obținute justifică utilizarea coardelor de viță de vie ca sursă sustenabilă de compuși polifenolici cu potențial sanogen, neexploatați în prezent la potențialul tehnologic și economic real.

Cuvinte cheie: coarde de viță de vie, compuși fenolici, Cabernet Sauvignon

INTRODUCTION

Les vignes baguettes sont des sarments qui ont environ un an. À ce stade, il y a développé une couche visible d'écorce et a perdu toutes ses feuilles (Çetin *et al.*, 2011). Parce que la taille de la vigne produit chaque année une grande quantité de déchets inutilisables, le but de cette étude était d'évaluer le potentiel des baguettes de vigne à être utilisées comme source naturelle de composés bioactifs pour les industries alimentaire, pharmaceutique et cosmétique. Les méthodes utilisées pour cette évaluation doivent répondre à trois critères de base: elles doivent être rapides, les résultats obtenus doivent être reproductibles, et inclure toutes les molécules de phénol (Rajha *et al.*, 2014).

Etant donné que différents systèmes d'extraction de composés phénoliques ont été utilisés et que les résultats diffèrent considérablement en fonction du solvant et du procédé choisi, il est indispensable d'identifier des procédés d'extraction unitaires exploitant le potentiel du matériel biologique.

MATÉRIAUX ET MÉTHODE

La recherche a été réalisée sur des baguettes de vigne âgées d'un an, récoltées lors de la taille du printemps 2018 (la dernière semaine de mars) appartenir du cultivar *Vitis vinifera* L. Cabernet Sauvignon, cultivé dans la collection ampélographique de la Station de Recherche et Développement pour Viticulture et Vinification Iasi, Roumanie (27° 53' E; 47° 20' N). Le porte-greffe utilisé était la Sélection Openheim 4 (*V. berlandieri* × *V. riparia*). Les opérations technologiques étaient spécifiques au vignoble industriel, sans irrigation ou fertilisation.

Pour optimiser les procédures d'extraction phénolique, les baguette de vigne ont été extraites avec diverses concentrations d'éthanol (0, 50, 70, 90 et 96%) et hydroxyde de sodium 1N, dans un rapport matière végétale/solvant 1:10. Pour purification sur des cartouches C₁₈ SPE, les surnageant a été concentré à sec sous vide à 35 °C. Le sorbant contenant les polyphénols a été séché et dégraissé avec 10 mL d'hexane 99%. L'éluion des polyphénols a été réalisée avec 20 mL d'éthanol à 96%. Les extraits polyphénoliques ont été évaporés à sec à 25 °C et remis en suspension dans l'éthanol à 96%, à une concentration de 100 µg/mL. Après avoir déterminé la concentration optimale du solvant, ont été testés le temps (<300 min) et la température (20, 40, 60 °C) nécessaires pour maximiser l'extraction des composés phénoliques. Teneur total en polyphénols (TPT) ont été déterminés avec le réactif Folin-Ciocalteu (OIV, 2012). Les résultats ont été exprimés en grammes d'équivalent acide gallique (EAG) par 100 g de poids sec (p.s.). Les flavonoïdes ont été précipités avec formaldéhyde à un pH <0,8 (Tibiri et collab., 2010). La teneur en glucides a été déterminée par extraction des hydrates de carbone (éthanol 80%) à partir de baguettes de vigne broyées séchées (65 °C), et mesure spectrophotométrique de la couleur intensité à 580 nm (% glucose).

L'activité de inhibition des radicaux libres comme 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) de chaque extrait a été mesurée selon la procédure de Brand-Williams et collab. (1995). Le pouvoir réducteur ferrique a été déterminé selon la méthode de Vijayalakshmi et Ruckmani (2016).

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Le teneur en glucides totaux des baguettes de vigne sont indiquées dans le tableau 1. Dans le total des carbohydrates, l'amidon était environ 44%.

Tableau 1

Caractéristiques chimiques des baguettes de vigne

Cultivar	Humidité (%)	Amidon (%)	Glucides (%)	Carbohydrates total (%)
Cabernet Sauvignon	53,60	5,53	7,08	12,61

La concentration la plus élevée en polyphénols a été obtenue lorsque l'extraction sur des baguettes de vigne broyées a été effectuée avec éthanol 70% (7,96 mg/g p.s.), et par extraction alcaline avec NaOH 1 N (7,98 mg/g p.s.). Lorsque l'extraction a été réalisée avec éthanol 70%, la plus grande quantité de flavonoïdes (4,94 mg EAG/g p.s.) a été obtenue, tandis que l'extraction avec hydroxyde était plus efficace pour composés phénoliques non-flavonoïdes. Résultats similaires ont été rapportés par Delgado-Torre et collab. (2012).

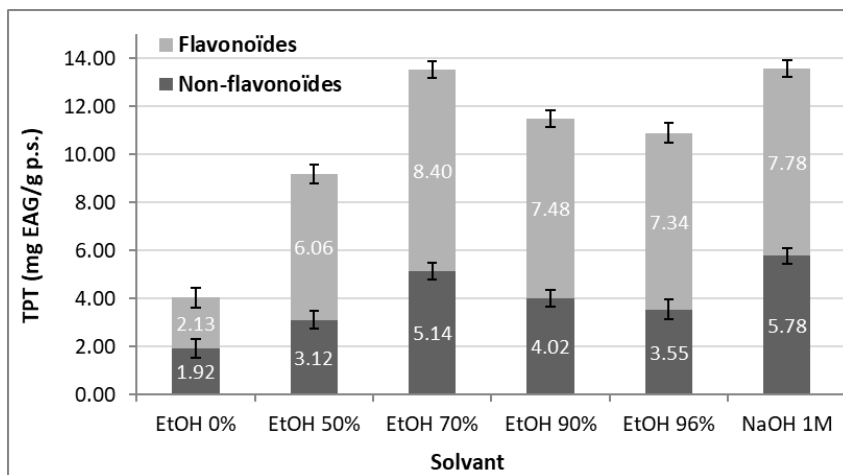


Fig. 1 Influence du solvant utilisé sur le rendement de la teneur totale en polyphénols (TPT) (Cabernet Sauvignon baguettes, particules <0,5 cm; 180 min; 20 °C)

L'activité antioxydante (AA) des extraits de baguettes de vigne était élevée à concentrations d'alcool élevées, atteignant 94% de DPPH inhibé à l'extraction avec éthanol 70% et 90%. De plus, le taux de FRC était élevé, présentant des valeurs comprises entre 0,66 (eau distillée/éthanol 0%) et 2,87 (éthanol 70%).

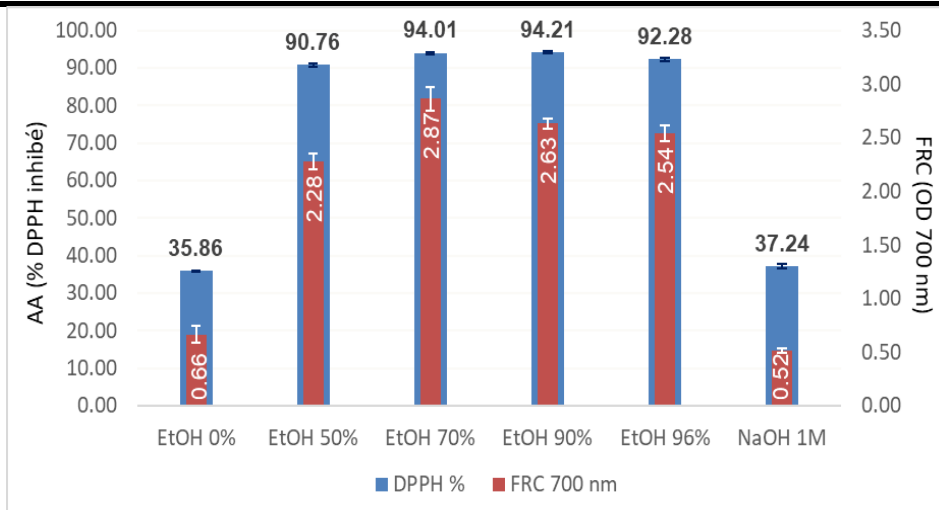


Fig. 2 Activité antioxydante (AA) et pouvoir réducteur ferrique (FRC) des baguettes

Bien que l'hydroxyde de sodium 1N ait extrait une quantité significative de composés phénoliques déterminée par le réactif Folin-Ciocalteu, l'activité antioxydante et le pouvoir réducteur ferrique ont été réduites. Une forte corrélation a été trouvée entre la teneur totale en polyphénols et l'activité antioxydante des extraits, montrant l'implication significative de ces composés dans l'activité biologique des extraits (fig. 3).

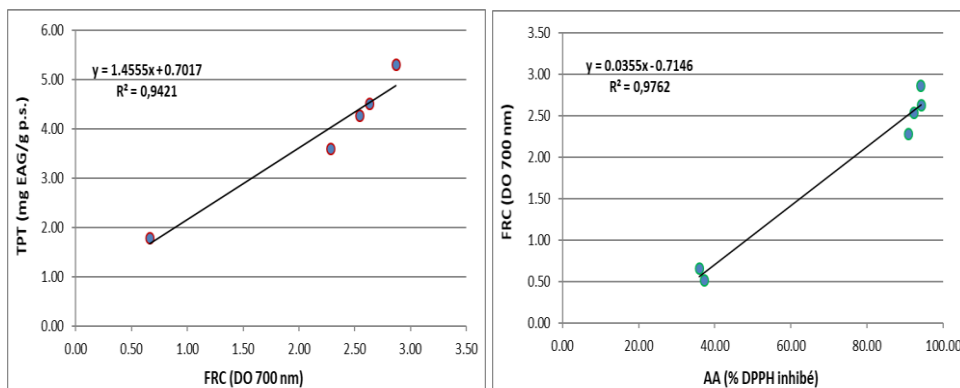


Fig. 3 Corrélation du teneur totale en polyphénols (TPT) et de l'activité antioxydante (AA)

Les concentrations des composés phénoliques extraits étaient plus élevées en temp la température montait. Ainsi, à 60 ° C, l'indice de polyphénol de l'extrait atteignait 85,20 en 4 heures, puis est entré dans la phase de plateau ou même tomber (fig. 4).

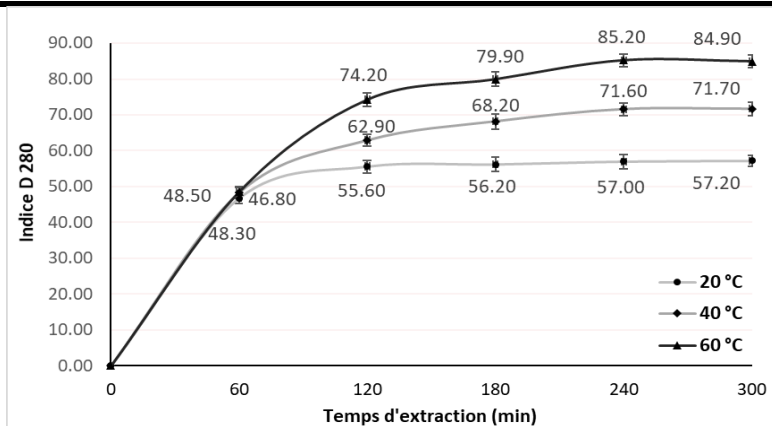


Fig. 4 Cinétique de l'extraction à l'éthanol à 70% de polyphénols de la baguette de Cabernet Sauvignon à 20, 40 et 60 °C. Indice D_{280} : densité optique à 280 nm x dilution.

Pour l'épuisement du matériel végétal, trois phases d'extraction ont été jugées suffisantes, dans la première phase être extrait plus de 78% du total des composés phénoliques (fig. 5).

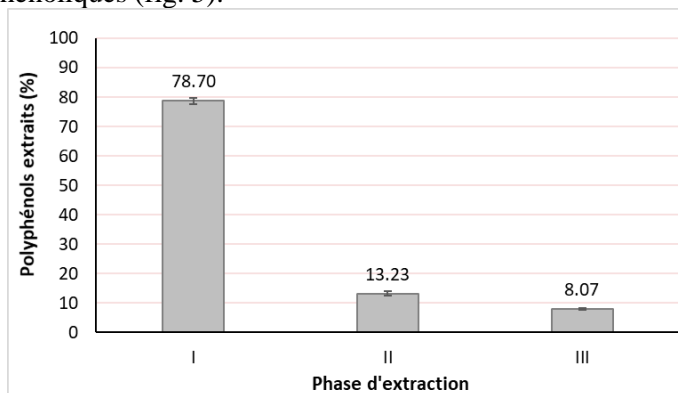


Fig. 5 Pourcentage de polyphénols extraits dans chaque phase d'extraction (70% d'éthanol, 60 °C, 240 min)

CONCLUSIONS

1. En raison de la purification sur les cartouches C_{18} , les extraits de baguettes de vigne contenaient quantités plus grandes de flavonoïdes.

2. La concentration plus élevée en polyphénols a été obtenue lorsque l'extraction a été effectuée avec éthanol 70%, 4 heures, 60 °C, sur des baguettes de vigne broyées (particules <0,5 mm).

3. L'activité antioxydante des extraits était élevé, en corrélation avec le contenu phénolique des extraits.

4. Les résultats de la recherche indiquent que les baguettes de *Vitis vinifera* L. sont sources durables de composés polyphénoliques à fonction sanogène, actuellement inexploitées au potentiel technologique et économique réel.

Remerciements: Agence Universitaire de la Francophonie (AUF) - projet S0446 SAIN (2017 – 2019).

RÉFÉRENCES

1. Brand-Williams W., Cuvelier M.E., Berset C., 1995 - *Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity*. LWT - Food Science and Technology, 28 (1), p. 25-30.
2. Çetin E.S., Altinöz D., Tarçan E., Göktürk-Baydar N., 2011 - *Chemical composition of grape canes*. Industrial Crops and Products, 34 (1), p. 994-998.
3. Delgado-Torre M.P., Ferreira-Vera C., Priego-Capote F., Pérez-Juan P. M., Luque de Castro M. D., 2012 - *Comparison of accelerated methods for the extraction of phenolic compounds from different vine-shoot cultivars*. Journal of Agricultural and Food Chemistry 60 (12), p. 3051-3060.
4. OIV, 2012 - *Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis*. Vol. 2. International Organisation of Vine and Wine (OIV), Paris.
5. Rajha H.N., Jaoude N.A., Louka N., Maroun R.G., Vorobiev E., 2014 - *Industrial byproducts valorization through energy saving processes. Alkaline extraction of polyphenols from vine shoots*. International Conference on Renewable Energies for Developing Countries 2014. doi:10.1109/reddec.2014.7038537.
6. Tibiri A., Sawadogo W.R., Ouedraogo N., 2010 - *Evaluation of antioxidant activity, total phenolic and flavonoid contents of Entada africana Guill. et Perr. (Mimosaceae) organ extracts*. Res. J. Medical Sci., 4(2), p. 81-87.
7. Vijayalakshmi M., Ruckmani K., 2016 - *Ferric reducing anti-oxidant power assay in plant extract*. Bangladesh J. Pharmacol. 11: 570-572. DOI: 10.3329/bjpp.v11i3.27663.

STUDIES ON THE EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM GRAPEVINE CANES

Abstract: Since a high amount of unusable waste is produced annually by grapevine pruning, the aim of this study was to evaluate the potential of vine canes to be used as a natural source of bioactive compounds for food, pharmaceutical and cosmetic industries. For the optimization of phenolic extraction procedures, grape canes of Cabernet Sauvignon were extracted with various concentrations of ethanol (0, 50, 70, 90 and 96 %) and 1N sodium hydroxide, in a plant material/solvent ratio of 1:10. For further purification on preconditioned C18 SPE cartridges, supernatants were concentrated to dry in a vacuum rotary evaporator. After determining the optimal solvent concentration, time (<300 min) and temperature (20, 40, 60 °C) required to maximize phenolic compounds extraction were tested. The highest polyphenol concentration was obtained when the extraction was performed on milled vine canes (<0.5 mm particle), with 70% ethanol, 4 hours at 60 °C. After applying high temperatures, antioxidant activity and the ferric reducing power of the extracts remained high (94.01% scavenged DPPH). The research results indicated that *Vitis vinifera* L. canes, are sustainable sources of polyphenolic compounds with sanogenous function, currently unexploited at the real technological and economic potential.

Key words: vine canes, polyphenolic compounds, Cabernet Sauvignon