

PHENYLPROPANOÏDES DE L'EDELWEISS

Identification, accès et analyse de substances protectrices de l'ADN d'intérêt cosmétique





L'ÉDELWEISS, C'EST LA SANTÉ

Leontopodium alpinum ...

... une plante rare et difficile d'accès,



néanmoins utilisée en médecine traditionnelle ou dans des produits de bien-être ...





ET LA BEAUTÉ !

... et surtout dans de nombreuses spécialités cosmétiques dans le domaine du soins ou de la régénération de la peau



QUID ? QUOMODO ?





Le Valais domestique l'edelweiss

Par Vanda Janka

[ECONOMIE](#) ↘ Environnement

   Reprendre article

P

04. AOÛT 2001 - 14:29

Les étoiles des neiges sont désormais cultivées dans les champs de l'Entremont. Pour la première fois cette année, les producteurs ont récolté quelque 12 tonnes de fleurs. Une denrée rare essentiellement destinée à l'industrie cosmétique.

Il est désormais inutile de gravir les montagnes pour admirer les edelweiss. La fleur - symbole helvétique s'il en est - s'est laissée apprivoiser par les chercheurs de la station fédérale des Fougères.



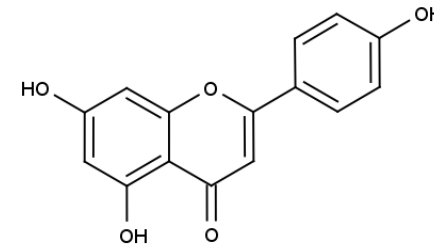
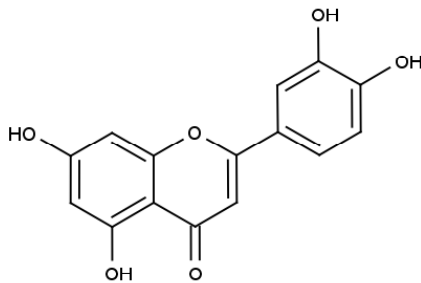
En Suisse, l'edelweiss est une plante mythique. (Keystone)



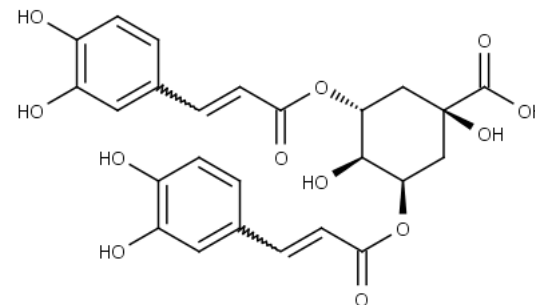
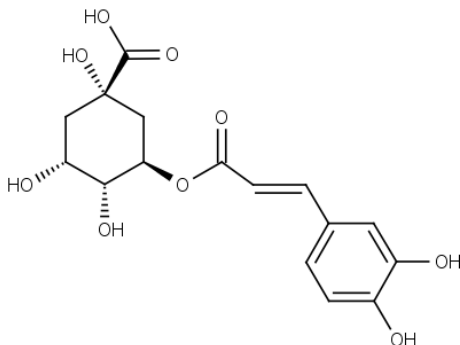
POLYPHÉNOLS DE L'EDELWEISS

Le profil phytochimique très riche de l'Edelweiss a été exploré récemment (2005-2012), par H. Stuppner et S. Schwaiger de l'Institut für Pharmazie d'Innsbruck

La fraction polyphénolique se compose principalement de glucosides d'apigénin et de luteolin :

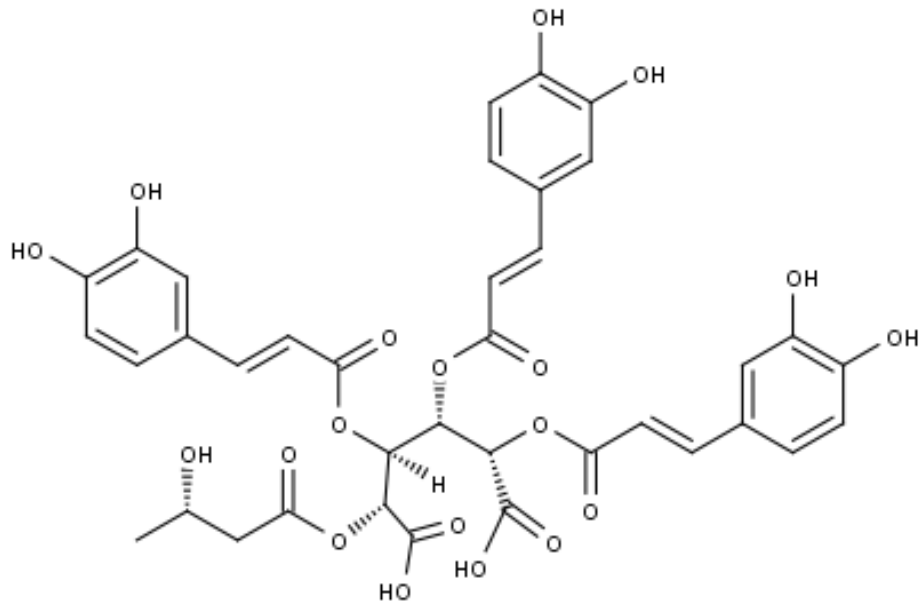


Ainsi que des phenylpropanoïdes connus, esters de l'acide cafféique :
acide chlorogénique et acides dicaffeoyl-quiniques (principalement 3,5-)



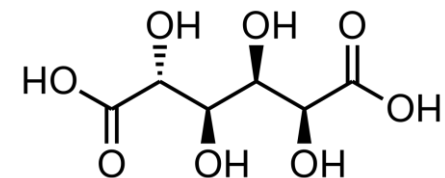
PHENYLPROPANOIDES DE L'ÉDELWEISS

Schwaiger met aussi en évidence une nouvelle structure, spécifique des genres *Leontopodium* et *Gnaphalium*, l'Acide Léontopodique, formes A et B :



3,4,5-tri-Caffeoyl glucaric acid

A : 2-(3S)-hydroxy butanoate / B : 2-OH

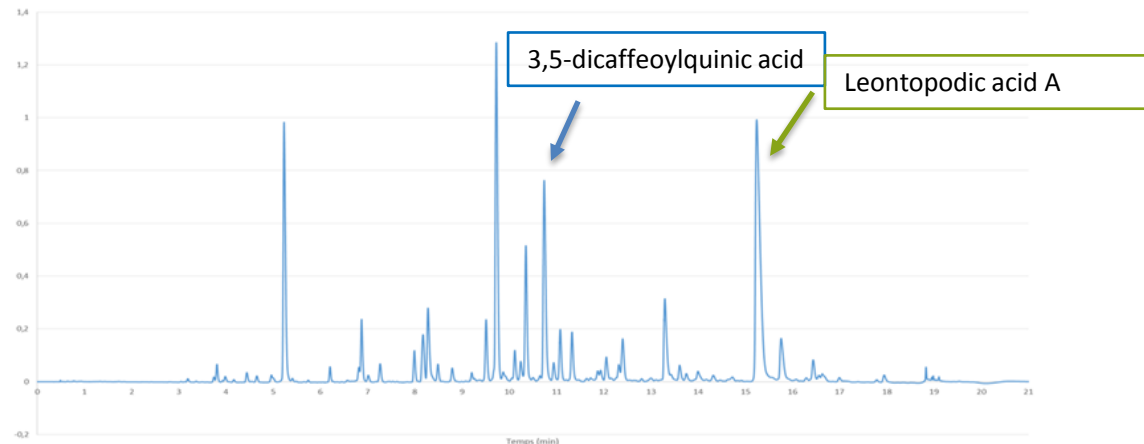




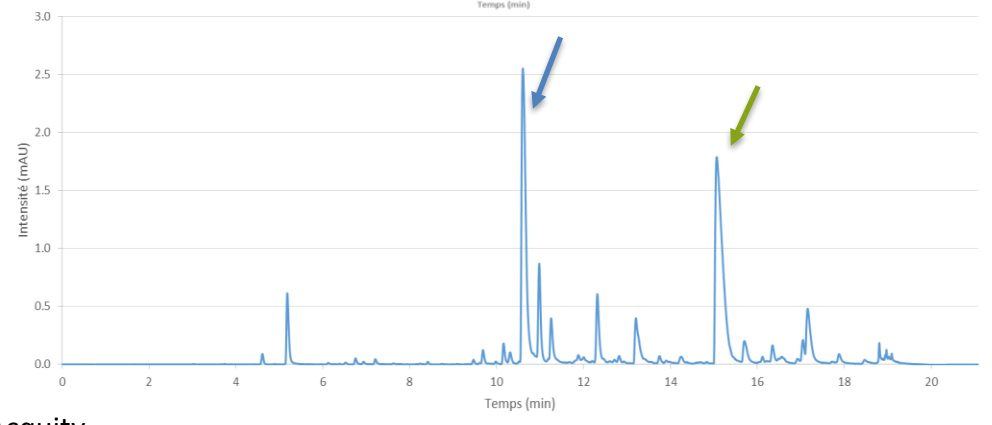
PROFIL DE L'EXTRAIT HYDRO-ÉTHANOLIQUE

Extrait d'edelweiss : un échantillon complexe

Extrait hydro-éthanolique
plante entière



Extrait simplifié par
partages/lavages (liq-liq)



Analyse UPLC colonne phenylhexyl CSH Acquity

50mm x 2.1mm; 1.7 μ m

F=0.4ml/min; Gradient 5%ACN – 38% ACN (0.1% acide formique) en 17min

UV 330nm



STRATÉGIE PRÉPARATIVE

Transposition en vue de la chromatographie préparative

Transposition vers colonne C18

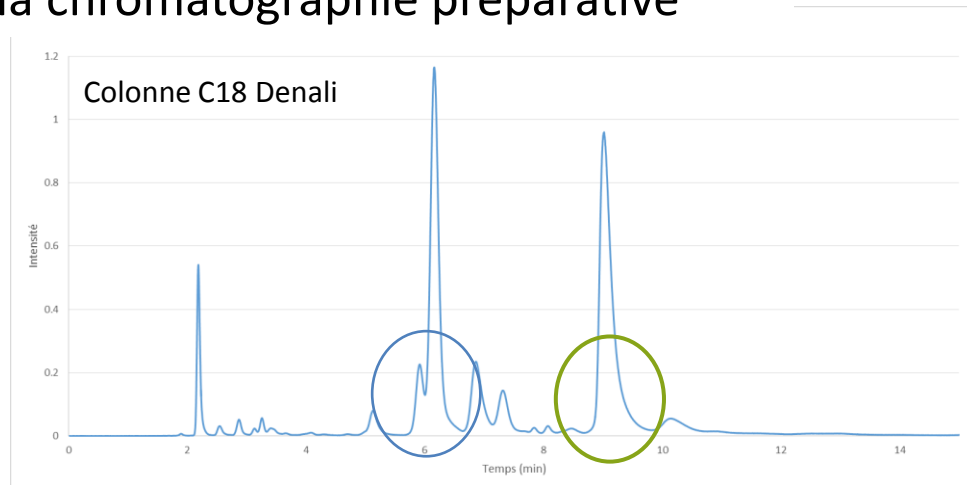
Denali Grace

150*4.6mm 5µm

F=1ml/min

Isocratique 22/78 ACN/eau + 0,1% acide formique

UV=330nm



Manque de sélectivité,
nécessité d'ajouter une deuxième
dimension chromatographique

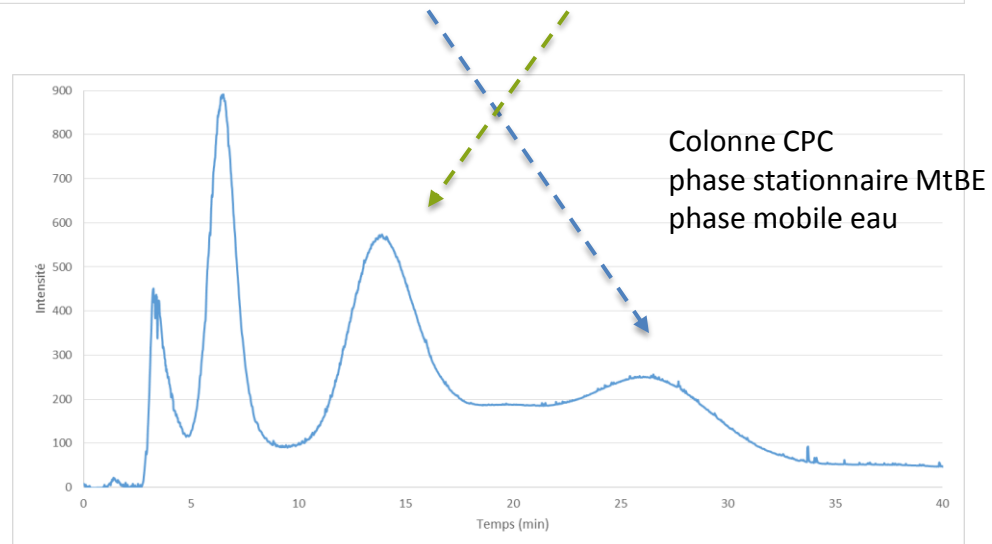
Développement de méthode CPC

FCPC C Kromaton 25ml

F=5ml/min; 1700rpm

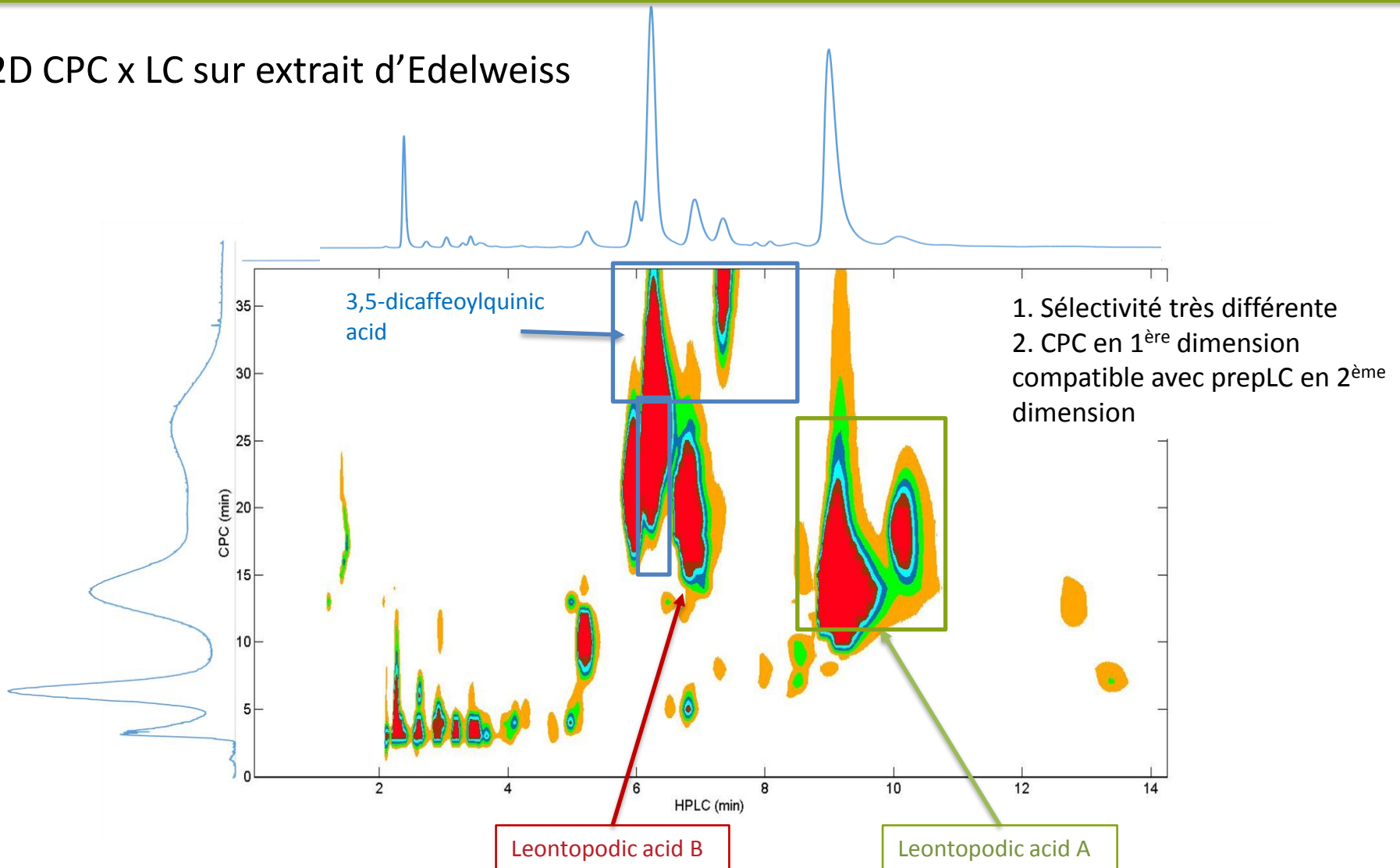
MtBE/eau

UV 220nm



Colonne CPC
phase stationnaire MtBE
phase mobile eau

2D CPC x LC sur extrait d'Edelweiss





CPC

Kromaton FCPC A
Rotor 25 mL

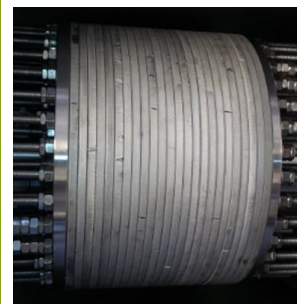
Qinj = 16mg



CPC

Armen
Rotor 1 L

Qinj = 2g



TRANSFERT

HPLC

Grace Denali C18
150x4,6mm 5 μ m



PrepLC

Vydac Denali C18
300x50mm 10 μ m



Leontopodic acid A:

P > 98%

Y = 70%

3,5-dicaffeoylquinic acid:

P > 98%

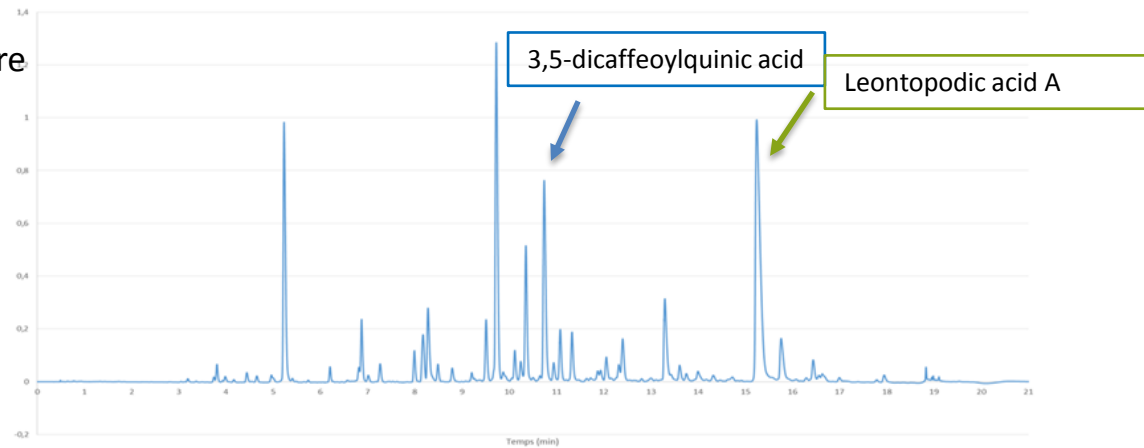
Y = 40%

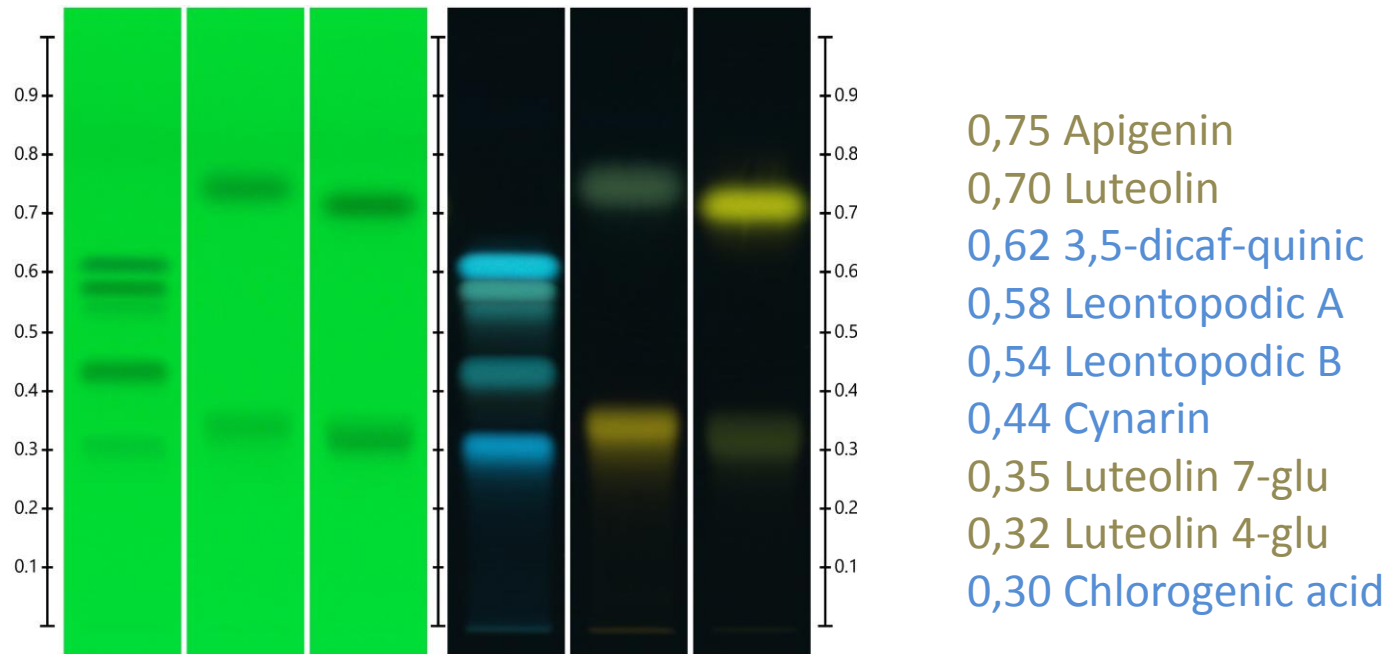


ANALYSE D'EXTRAITS

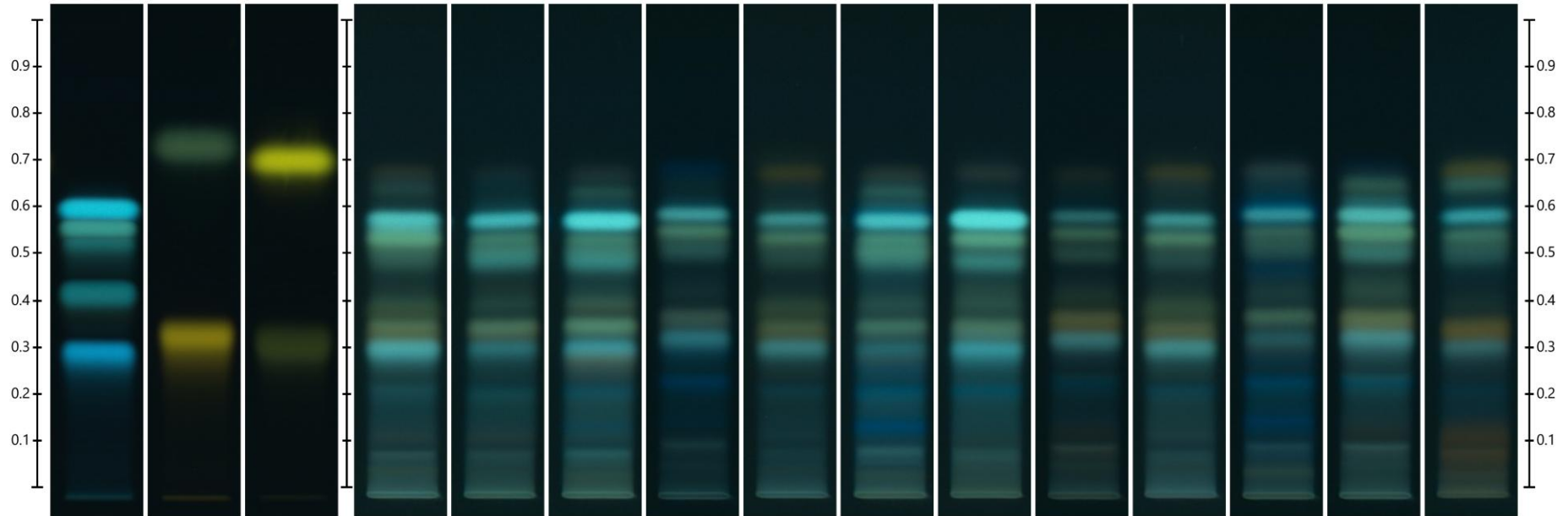
Extrait éthanolique plante entière

Analyse UPLC colonne
phenylhexyl CSH Acquity
50mm x 2.1mm; 1.7µm
F=0.4ml/min; Gradient 5%ACN – 38%
ACN (0.1% acide formique) en 17min
UV 330nm





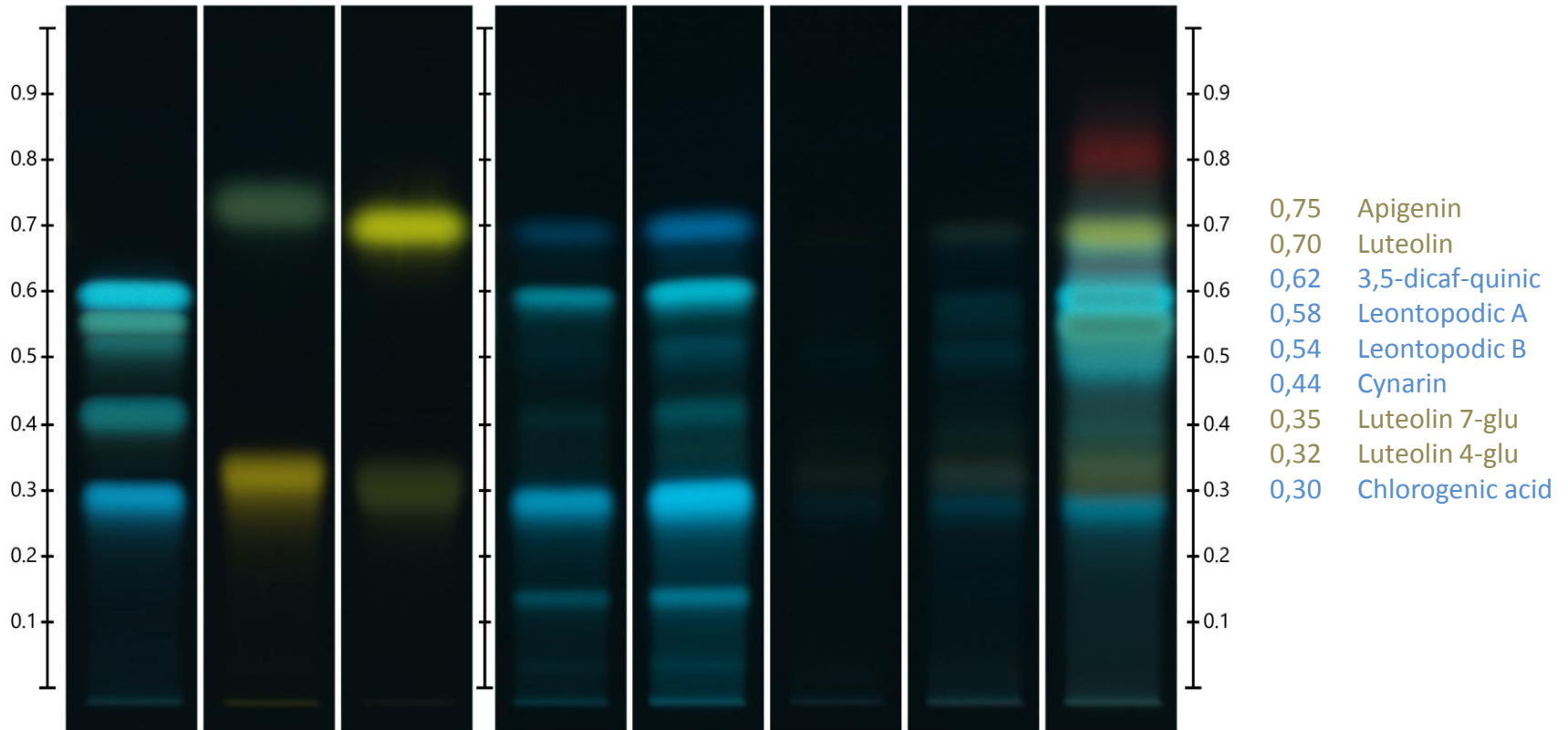
Stationary phase	HPTLC Si 60 F ₂₅₄ , 20 x 10 cm (Merck)
Developing solvent	Butyl acetate, formic acid water 28:10:0.3 (v/v/w)
Plate drying	Drying 5 min in the ADC 2
Visualization	Under UV 254 nm and under UV 366 nm after derivatization
Derivatization	<p>Reagent name: "Natural Product Reagent" (1 g of diphenylborinic acid aminoethylester dissolved in 200 mL of ethyl acetate)</p> <p>Use: heat the plate for 3 min at 100°C, and then dip the plate while still hot into the reagent (speed 3, time 0)</p>



- 0,75 Apigenin
- 0,70 Luteolin
- 0,62 3,5-dicaf-quinic
- 0,58 Leontopodic A
- 0,54 Leontopodic B
- 0,44 Cynarin
- 0,35 Luteolin 7-glu
- 0,32 Luteolin 4-glu
- 0,30 Chlorogenic acid

Tracks 4-15: Edelweiss species, powdered - from left to right:

L. nivale ssp. alpinium, L. andersonii, L. artemisiifolium,
 L. calocephalum, L. campestre, L. dedekensii, L. franchetti,
 L. himalayanum, L. leontopodioides, L. sinense, L. souliei,
 L. strachey



Track 4-5: glycerol PCC samples (Majestem® from SEDERMA) (appl. volume: 2 and 5 µL),
 Track 6-7: commercial glycerol samples (application volume: 2 and 5 µL),
 Track 8: plant dry extract.

- 1- Méthodes de quantification des actifs validées
- 2- Etudes d'activités spécifiques des acides Léontopodiques
- 3- Authentification et/ou différenciation des sources d'ingrédients « léontopodiques »
 - > Edelweiss plante entière
 - > Culture cellulaire
 - > Autres espèces (*Gnaphalium uliginosum*, ...)
 - > Problématiques d'adultération et de falsification
- 4- Autres ?



CONCLUSION

- Dans une démarche collaborative ouverte, nous avons cherché à doter l'industrie et la recherche d'outils et de résultats analytiques de qualité et accessibles: standards, fingerprints, dosage d'actifs
- Nous restons intéressés par des études d'approfondissement et de nouveaux développements, avec des partenaires
- Cette approche pouvant être initiée sur d'autres thématiques plantes ou connexes, dans nos domaines de compétence



REMERCIEMENTS

S. Schwaiger - Institut für Pharmazie d'Innsbruck
X. Simonnet, J. Héritier - Mediplant
K. Faure, L. Marlot, M. Batteau – ISA Lyon
T. Do et coll. — CAMAG
M. Duval, A. Saunois — Sederma
V. Coquoin, MC. Escoffet, S. Nuccio – Extrasynthese