



Eco-extraction par fluides supercritiques des composés naturels polaires

Sirine ATWI GHADDAR, Emilie Destandau, Eric Lesellier

Université d'Orléans, ICOA, UMR CNRS 7311, rue de Chartres, BP 6759, 45067 Orléans cedex 2, France
Projet PIERIC, financement ARD CVL Cosmétosciences



Le **dioxyde de carbone supercritique (SC-CO₂)** présente plusieurs avantages pour l'extraction de composés bioactifs naturels ; ce procédé est connu sous le nom d'**extraction par fluide supercritique (SFE)**. Le SC-CO₂ est non toxique, peu coûteux et son évaporation après extraction favorise la concentration spontanée des extraits. En plus, il est couramment utilisé pour extraire des composés non polaires mais est-il possible d'extraire des composés polaires avec cette technique?

Dans ce cadre de recherche, l'extraction du **bois de cœur du robinier** de deux composés cibles : la robinétine et la dihydrorobinetine a été optimisée en utilisant un plan d'expériences. Les trois facteurs optimisés étaient la température et la pression, le pourcentage de modificateur avec trois niveaux. Cette méthode a ensuite été étendue à d'autres plantes pour extraire des molécules polaires bioactives, comme les punicalagines et l'acide ellagique du **péricarpe de grenade** ou l'épigallocatechine gallate et la caféine des **feuilles de thé vert**.

Cette méthodologie est standardisée pour extraire des molécules de polarité proche en utilisant des fluides supercritiques.

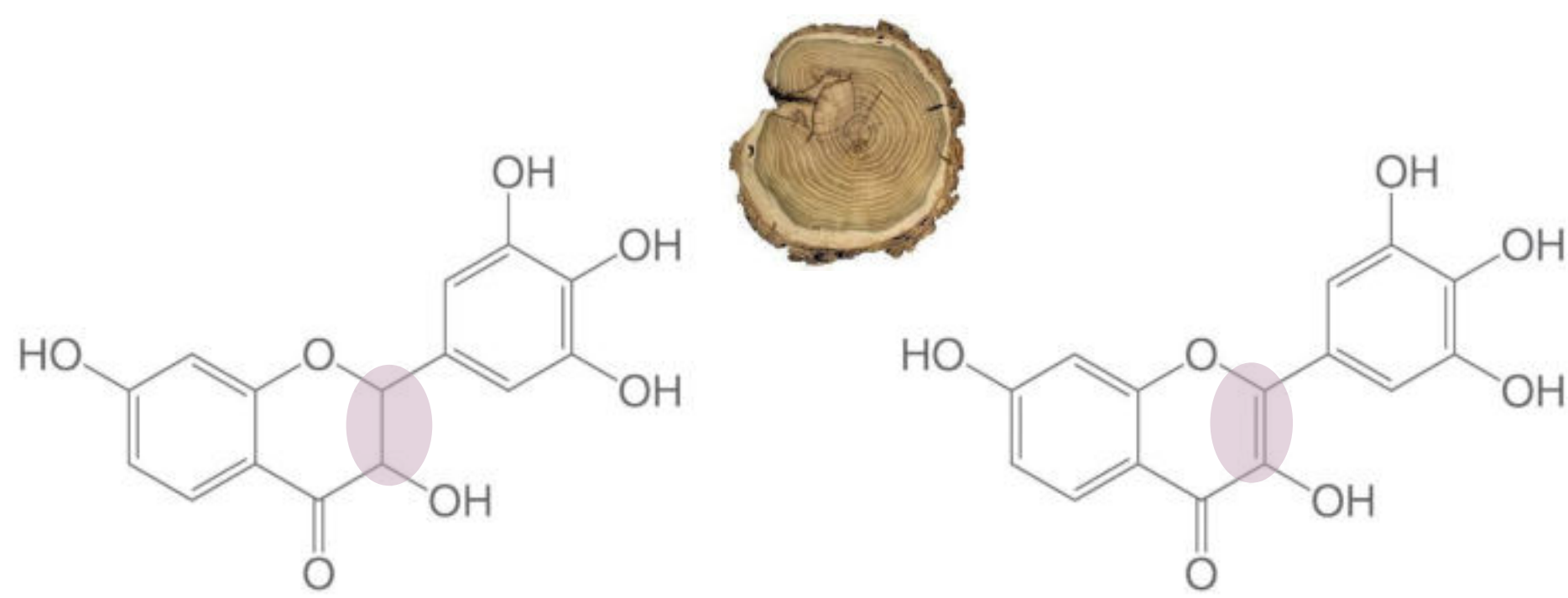
Log P ↑ = peu polaire

Polarité ↓

Log P ↓ = Polaire

1-Le robinier (*Robinia pseudoacacia*)

Deux flavonoïdes d'intérêt



Dihydrorobinétine (DHR)

Log P = 1.232

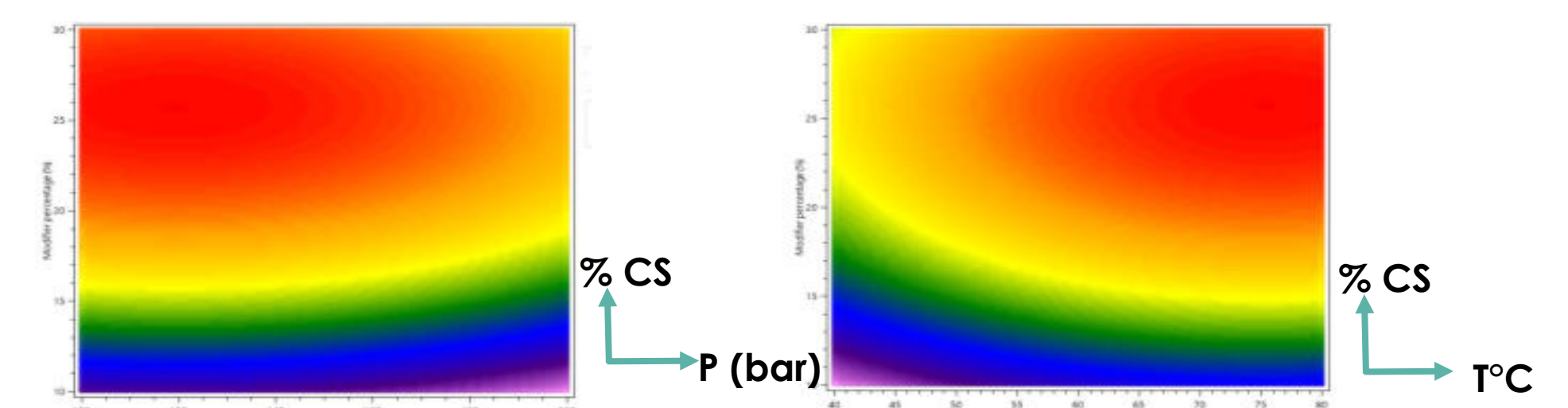
Robinétine (Rob)

Log P = 2.263

Optimisation par Box-Behnken design (BBD)

variables	Niveaux		
	-1	0	1
X ₁ . P (bar)	100	150	200
X ₂ . T (°C)	40	60	80
X ₃ . CS (%)	10	20	30

3 répétitions du **point au centre**
 Co-solvant (CS): EtOH/H₂O 80/20 [1]
 15 essais d'extraction
 1 g de plante
 Débit : 3 mL/min
 Temps d'extraction : 15 min
 Réponse: [flavonoïdes] mg/g plante séchée (Quantification par UHPLC)



- X₁- Pression → non significative
- X₂- Température (°C) → **Significative**
- X₃- Co-solvant (%) → **très Significative**

Conditions d'extraction optimale

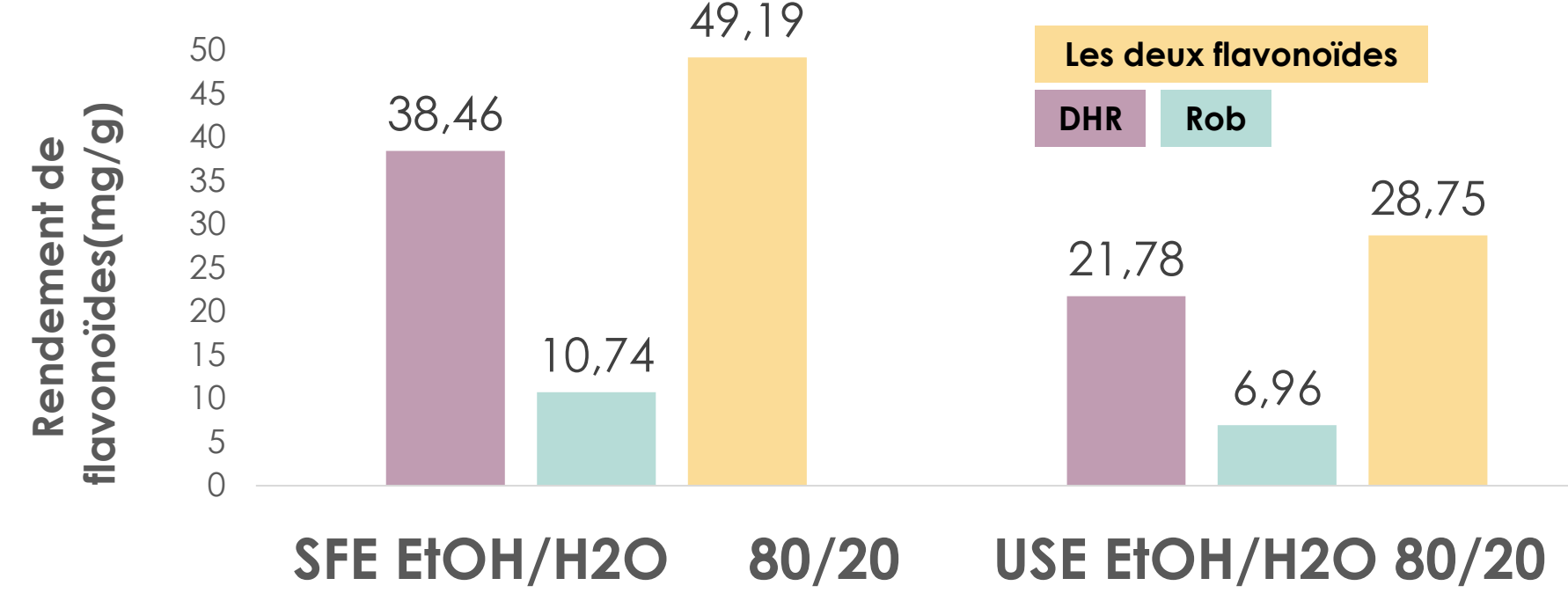
100 bar, 80°C et 20% Modificateur (EtOH/H₂O 80/20) et 30 min
[flavonoïdes]= 49,19 mg/g de plante sèche

Réponse élevée Réponse faible

- Pression non significative : remplacement par le % H₂O en mélange avec l'EtOH (pour CS)
- Application de la même stratégie sur d'autres plantes / molécules
- Plan d'expériences (DoE) standardisé pour les molécules polaires

Comparaison de la SFE et l'extraction par Ultrasons (USE)

Pour la même consommation du solvant (EtOH/H₂O 80/20)



Conditions USE

- 1 g de plante
- 25°C
- 18 mL de solvant
- 30 min

Conditions SFE

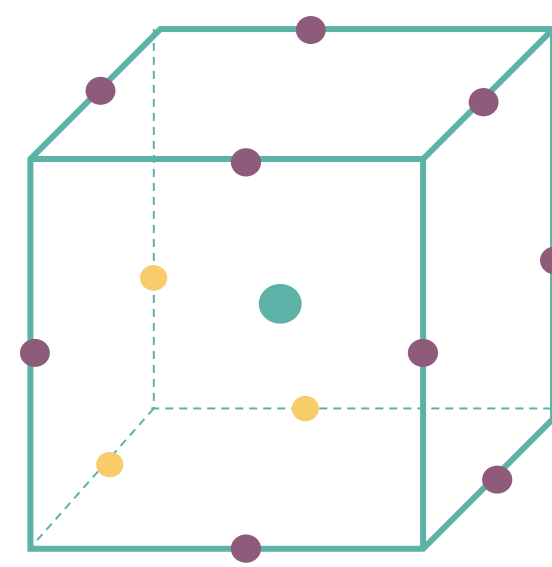
- 1 g de plante
- 80°C
- 20% co-solvant pour 30 min (18 mL d'extrait)
- 100 bar
- 3 mL/min

Plan Box-Behnken standardisé

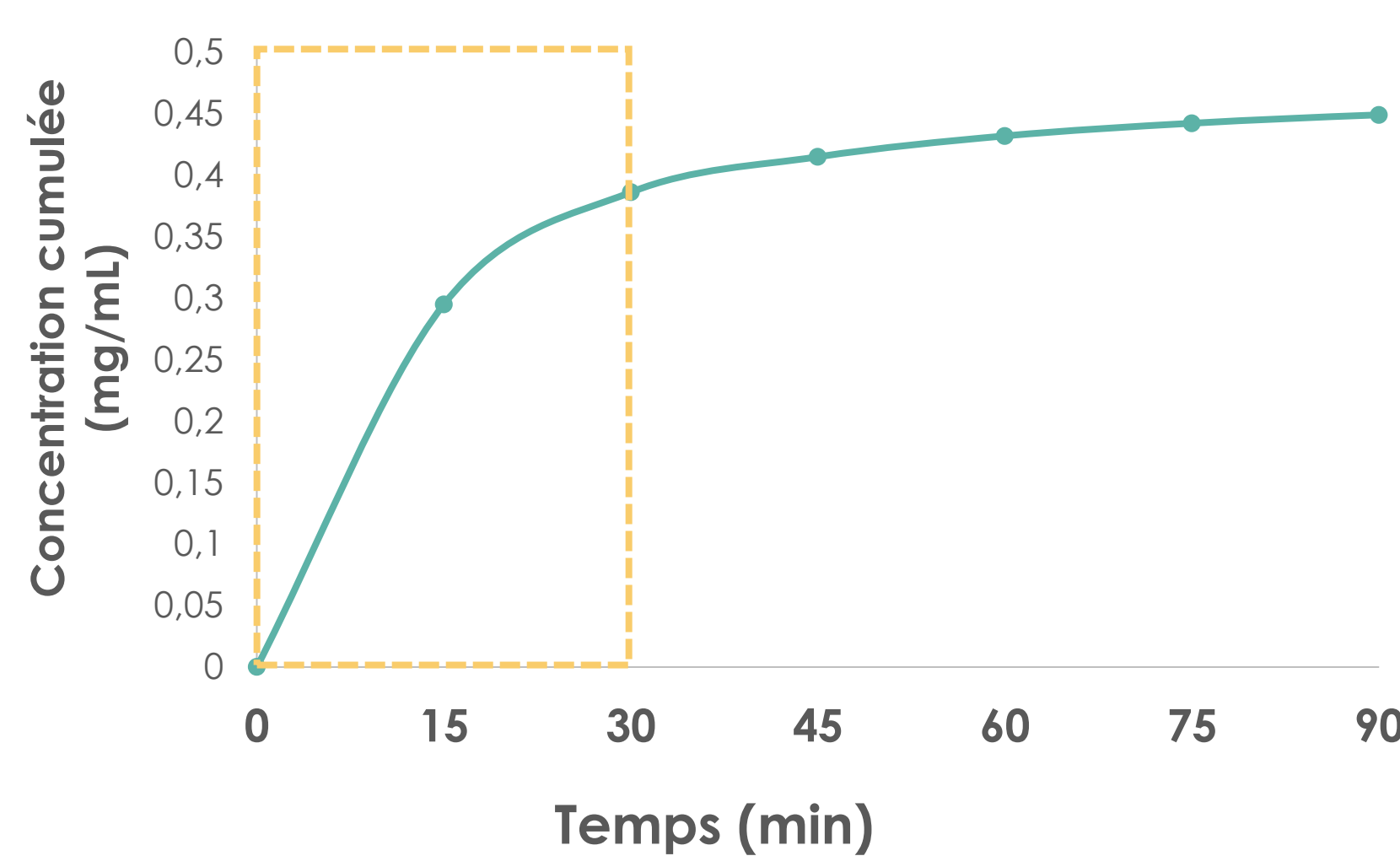
variables	Niveaux		
	-1	0	1
X ₁ . T (°C)	40	60	80
X ₂ . % C-S	10	20	30
X ₃ . % H ₂ O	0	10	20

Constantes

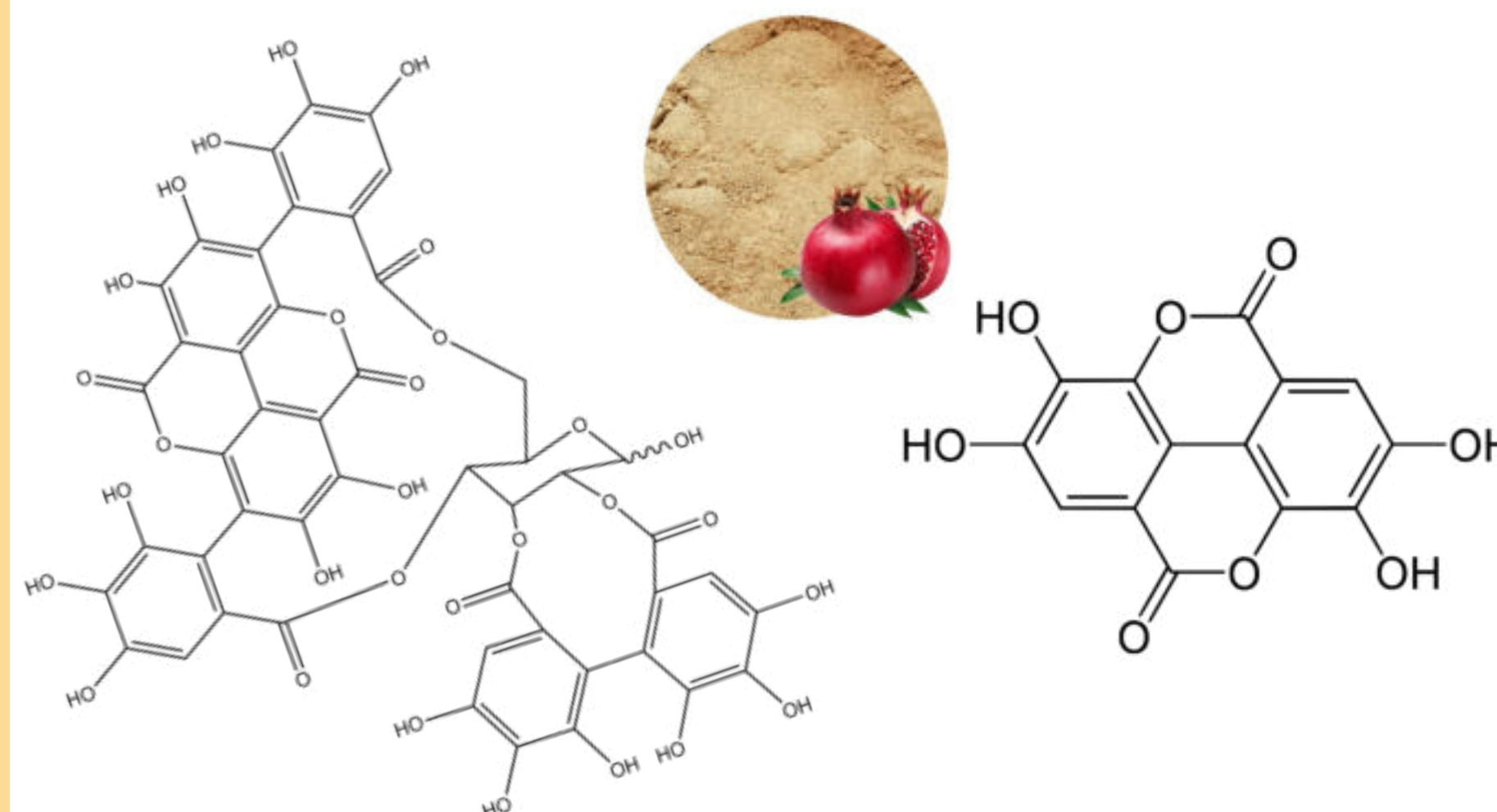
- Pression: 150 bar
- 5 répétitions du point au centre
- 17 essais d'extraction
- 1 g de plante
- Débit : 3 mL/min
- Réponse: [Molécules] mg/g plante séchée



Détermination du temps d'extraction par une cinétique aux conditions du point au centre



2-La grenade (*Punica granatum*)

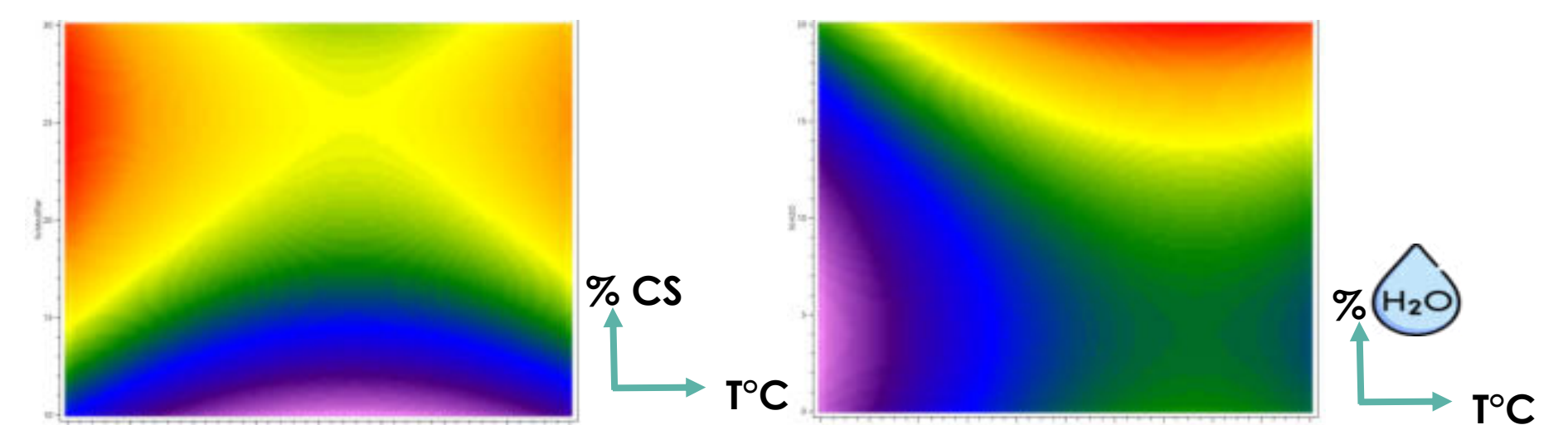


Punicalagines
α-punicalagine
β-punicalagine

Log P = 1.7

Acide ellagique

Log P = 1.1

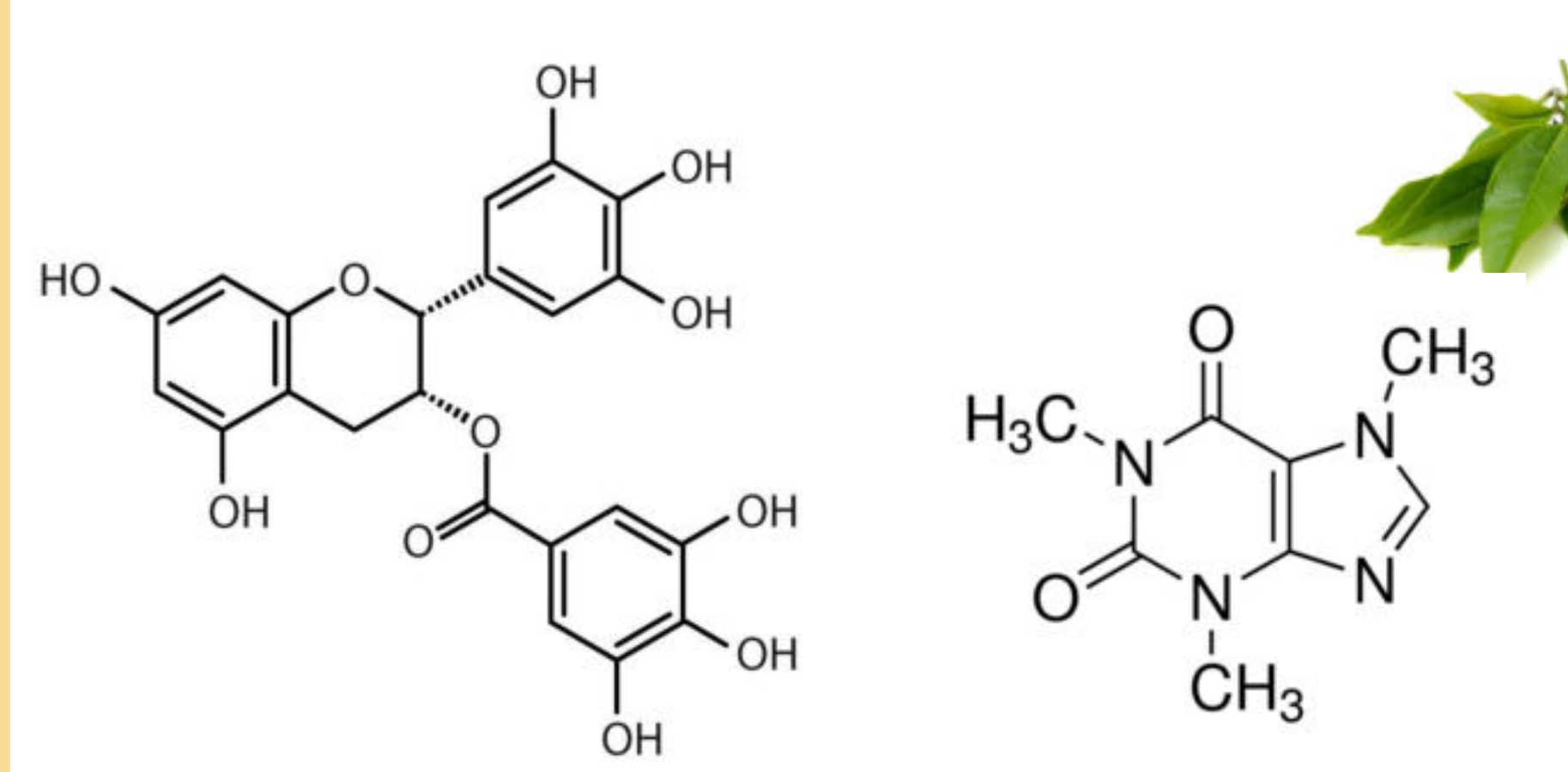


- X₁- Température (°C) → non significative
- X₂- Co-solvant (%) → **Significative**
- X₃- H₂O (%) → **Significative**

Conditions d'extraction optimale

40°C et 20% co-solvant (EtOH/H₂O 80/20), 60 min et 150 bar
[Ellagitannins et polyphénols]= 19,7 mg/g de plante séchée

3-Thé vert (*Camellia sinensis*.L Kuntze)

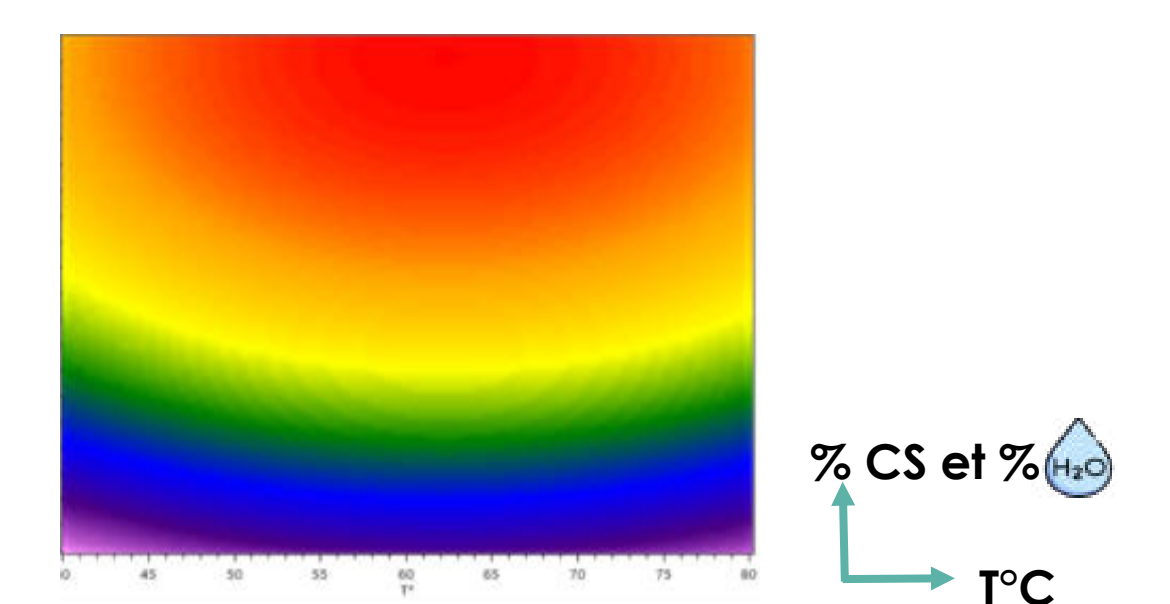


Epigallocatechine gallate

Log P = 1.2

Caféine

Log P = -0.07



- X₁- Température (°C) → peu significative
- X₂- Co-solvant (%) → **Significative**
- X₃- H₂O (%) → **Significative**

Conditions d'extraction optimale

60°C et 30% co-solvant (EtOH/H₂O 80/20), 15 min et 150 bar
[Caféine+ catéchines]= 83,4 mg/g de plante séchée

Conclusions et perspectives

- L'optimisation de l'extraction par **fluides supercritiques** et par un **plan d'expériences standardisé**
- Extraction des molécules polaires à partir de plantes variées
- Rendement d'extraction **supérieur** à celui d'autres méthodes d'extraction modernes (USE)
- Possibilité d'application sur une extraction séquentielle : molécules apolaires (100 % CO₂) → molécules polaires

Référence

[1] Destandau, Emilie, et al. "Gram-scale purification of dihydrorobinetin from *Robinia pseudoacacia* L. wood by centrifugal partition chromatography." *Separations* 3.3 (2016): 23.