

France Eco Extraction

Bulletin d'information n° 6 – Octobre 2014

Au sommaire de ce numéro :

- | | |
|---|--------|
| 1. Editorial / le mot du Président | page 1 |
| 2. Le point de vue d'un membre de France Eco Extraction | page 2 |
| 3. Zoom technologique | page 4 |
| 4. A noter dans vos agendas | page 9 |

Le Mot du Président

Chers partenaires de France Eco-Extraction,

Pour notre association France Eco-Extraction, cette année 2014 marquera un cap décisif.

La première information importante concerne la structuration de notre association avec l'arrivée de sa première salariée, Mme Marco-Munoz, chargée en premier lieu du lancement de la plateforme d'écoextraction mais aussi du déploiement opérationnel de nos valeurs.

Le programme soutenu par le ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie et la plateforme d'écoextraction de Valréas vont nous permettre de diffuser clairement et largement nos valeurs et des premiers outils pour la mise en œuvre de procédés plus durables respectueux de l'homme et de l'environnement.

Pour définir le concept de l'éco-extraction, une équipe d'industriels s'est impliquée et a fixé les mesures concrètes à appliquer pour « pratiquer l'éco-extraction ». Le fruit de ce travail collaboratif est un guide des bonnes pratiques il vous a été présenté à la 9ème plénière de France Eco-Extraction (7 octobre 2014) et sa diffusion sera potentialisée par le prochain lancement de notre site internet www.france-eco-extraction.com.

Si ce guide constitue une première étape importante, notre ambition est d'évoluer vers une marque d'exigence supérieure avec une charte reposant sur des critères d'évaluation précis. De plus, un outil est d'ores et déjà accessible vous permettant d'évaluer l'impact de vos procédés avec la méthodologie d'Analyse de Cycle de Vie des ingrédients végétaux des filières aromatiques, cosmétiques et agroalimentaires. La définition de cette méthodologie est accompagnée du développement d'un éco calculateur, permettant la mesure de l'impact de vos procédés et vous donnant aussi les voies d'optimisation pour les limiter.

Enfin, l'innovation est un facteur clé pour la réalisation de notre ambition d'une chimie toujours plus durable. Le lancement opérationnel du projet de plateforme d'écoextraction de Valréas est en ce sens une nouvelle très importante. Elle sera fonctionnelle dès 2015 et complètera ainsi les deux plateformes déjà opérationnelles : celle de Nyons, EXTRALIANS et celle de Grasse, ERINI. Avec ce maillage, nous disposerons alors d'outils uniques en France permettant aux industriels de mettre en œuvre des technologies d'écoextraction larges et variées.

Si nous avons pu nous appuyer sur la forte mobilisation des pôles de compétitivité et des partenaires de l'association FEE, le soutien des pouvoirs publics a été fondamental pour la réalisation de ces actions, je tiens donc à remercier plus particulièrement le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie, la Délégation Régionale à la Recherche et à la Technologie de Provence Alpes Côte d'Azur, le Conseil Général du Vaucluse et la Communauté de Communes de l'Enclave des Papes et du Pays de Grignan.

Nos fondations sont désormais concrètes et solides alors n'hésitez pas à nous rejoindre dès à présent.

Olivier THEVENARD, Président de France Eco Extraction

Le point de vue de ...

A chaque numéro du bulletin d'information, un membre de France Eco Extraction nous fait part de son point de vue. C'est au tour de **Céline Cerutti, Responsable Projet R&D, à Albert Vieille SAS.**

Quelle est la part de l'éco-extraction du végétal dans votre activité ?

Albert Vieille SAS est une société historique spécialisée dans les matières premières aromatiques 100% pures et naturelles, destinées aux marchés de la parfumerie, de la cosmétique, de l'alimentaire et de l'aromathérapie. Ce sont plus de 200 produits aromatiques - huile essentielle, eau florale, eau aromatisée, absolue, concrète, résinoïde, gomme-résine - qui sont mises aux services des créations parfumées.

Fondée depuis plus d'un siècle à Vallauris, Albert Vieille SAS a tissé son savoir-faire sur les plantes à parfums locales et en provenance du monde entier. La société est dotée d'un large réseau de producteurs et d'un site de production situé dans le parc régional d'Almaden de la Plata en Espagne. Ce site particulier permet l'approvisionnement en plantes endémiques et sauvages telles que ciste ou immortelle. La proximité entre la cueillette des plantes avec le site de production minimise au maximum le transport.

Albert Vieille se préoccupe tout naturellement de la pérennité et de la fiabilité du sourcing de ces matières premières. L'entreprise œuvre pour le développement de filière d'approvisionnement des matières premières qui soit responsable et éthique. Membre du NRSC (Natural Resources Stewardship Circle), elle participe à la mise en place de filières plus responsables sur des plantes aromatiques jugées à risques d'un point de vue sociétal, environnemental, économique et social.

Albert Vieille ne propose que des produits aromatiques qui soient 100% purs c'est-à-dire qui proviennent de plantes botaniquement identifiées, issus d'une seule et même origine géographique. Les produits sont également 100% naturels puisqu'ils sont obtenus à partir de procédés physiques définis par la norme ISO 9235. 80% des extraits sont obtenus à l'aide de solvants renouvelables.

Par ces différentes actions et implications, l'entreprise est en phase avec les critères du développement durable.

Quelles sont les tendances qui selon vous se dessinent ?

L'entreprise Albert Vieille s'intègre tout à fait dans les tendances actuelles que ce soit sur la transparence et la traçabilité sur toute la chaîne de valeurs dans le respect de la biodiversité, de l'environnement et du respect des autres, piliers du développement durable.

Parmi les technologies les plus récentes, Céline Cerutti fait référence au fractionnement par le CO₂SC qui lui semble être prometteur afin de répondre à des besoins spécifiques des entreprises en termes de séparation et de purification de composés naturels.

Un axe d'orientation des entreprises qui lui paraît grandissante est le retraitement /la valorisation des déchets et des co-produits. L'entreprise mène des actions, depuis une dizaine d'années, sur ces aspects notamment en convertissant tous les déchets sous forme d'énergie et étudie même la valorisation de coproduits/déchets à plus haute valeur ajoutée (drèches et eaux résiduelles).

Qu'attendez-vous de l'association France Eco-Extraction ?

Céline Cerutti a apprécié l'initiative de France Eco-Extraction de formaliser le concept d'éco-extraction. Le guide des bonnes pratiques de l'éco-extraction n'aurait pas pu voir le jour sans la dynamique des pôles accompagnateurs et la persévérance des entreprises. Son implication dans le groupe de travail « guide bonnes pratiques de l'éco-extraction » alimente ses réflexions sur la systématisation des bonnes pratiques au sein de ses projets R&D.

Elle considère que l'organisation de groupe de réflexion sur des sujets liés à la filière de l'éco-extraction se justifie, notamment pour favoriser les transferts d'idées entre secteurs d'activité. Ce guide est une première étape pour impliquer la conscience des acteurs à perpétuellement renouveler et améliorer les pratiques de travail.

De plus, l'organisation d'événements comme la plénière de France Eco-Extraction ou de groupe de travail sont des éléments à perpétuer. En effet, ces rendez-vous réguliers permettent aux acteurs de se rencontrer, de connaître également de nouvelles structures (entreprises, laboratoires, plateformes technologiques régionales ou nationales), d'échanger et de partager des références.

A propos d'Albert Vieille SAS :

La société Albert Vieille est spécialisée dans les produits aromatiques 100% purs et naturels. Elle emploie 35 personnes sur son site de Vallauris pour un CA en 2013 de 8,85 millions d'euros. <http://www.albertvieille.com>



Zoom Technologique

Dans ce numéro, nous vous proposons un focus sur un partenariat technologique entre deux adhérents de France Eco extraction ainsi qu'un point sur la technologie d'extraction par fluide supercritique.

Couplage de deux procédés d'extraction

L'EXTRACTOR 200, développé par IDCO en partenariat avec REUS, est un concentré de technologies et d'innovations dédié à l'extraction végétale.



Cet équipement de laboratoire ultra-performant permet par sa large gamme d'opérations d'extraction d'optimiser le procédé, les paramètres et le rendement d'extraction pour un produit ciblé.

L'Extractor 200 permet de réaliser des éco-extractions (sans solvant), des extractions mixtes micro-ondes et ultrasons, une recirculation de solvant en couche mince (procédé IDCO permettant l'utilisation de tout type de solvant et une grande concentration), des extractions en milieu liquide (huile,...), des extractions à froid (enceinte double peau) et des extractions sous vide (150 mbar).

L'homogénéité est apportée par un brassage réglable.

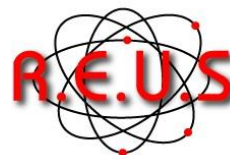
Cet équipement est muni d'une sortie condenseur pour la production d'eaux florales et d'huiles essentielles et d'un suivi de température par pyromètre avec sortie USB.

Sa facilité d'emploi et ses potentialités en font un outil

indispensable pour les laboratoires d'extraction végétale.



Parc d'activités VALAD Marseille Sud
Impasse Paradou - Bât C1
13009 Marseille
Contact : Frédéric VANDENBUSSCHE
Tel : 09 53 83 86 65 / 06 74 68 15 28
Fax : 09 56 06 94 40
Mail : fv.idco@free.fr
www.idco-france.com
<http://idco.over-blog.com>



15 Allée des Cystes
06390 Contes
Contact : Charles Gantz
Tel : 04 93 91 85 29 / 06 07 27 76 41
Mail : reus@wanadoo.fr
www.etsreus.com

Le fractionnement par fluide supercritique

Le fractionnement supercritique : un outil vers la séparation et la purification de composés naturels de haute valeur ajoutée

Karima Benaissi, Innovation Fluides Supercritiques

Introduction

Les fluides supercritiques, et principalement le dioxyde de carbone supercritique (CO₂ SC), présentent des atouts incontestables sur le plan qualitatif. En effet, les technologies utilisant le CO₂ SC mettent en œuvre des températures de traitement douces, offrent un pouvoir solvant ajustable (en fonction de la température et de la pression) et ne laissent aucune trace résiduelle de solvant dans les produits obtenus ou les matières traitées. D'un point de vue environnemental, le CO₂, gaz naturel, alimentaire, disponible à des coûts faibles, non toxique, non-inflammable et non-polluant, remplace certains solvants organiques soumis à des réglementations de plus en plus sévères. De plus, du fait de ses conditions critiques modérées (T_c = 31 °C, P_c = 73,8 bars), le CO₂ SC s'est très rapidement présenté dès la fin des années 1970 comme un candidat particulièrement approprié à l'extraction végétale car il se présente comme une alternative aux solvants organiques et chlorés.[1] Depuis, de nouvelles applications du CO₂ SC pour l'extraction de plantes sont apparues et ont permis de confirmer les potentialités de ce fluide comme solvant alternatif de choix non seulement pour l'extraction d'une large gamme de composés naturels mais également pour la séparation et la purification de composés naturels de haute valeur ajoutée.[2]

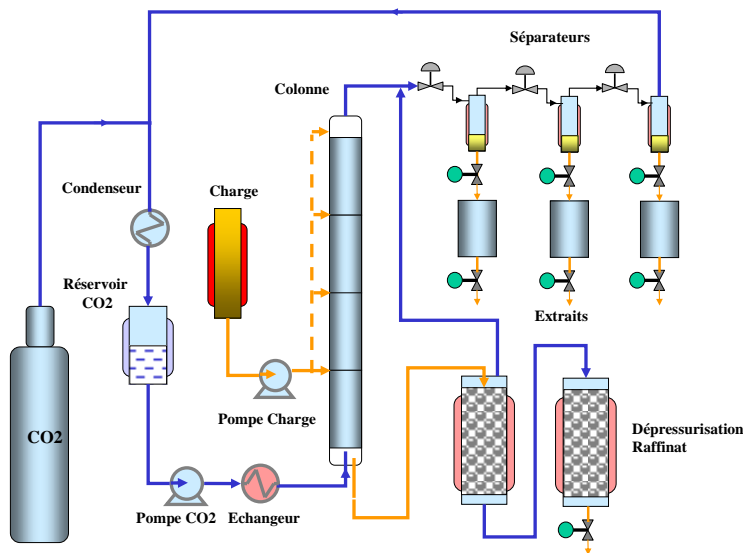
L'extraction / fractionnement par CO₂ supercritique

Les principes de l'extraction par CO₂ SC reposent sur les propriétés physico-chimiques particulièrement intéressantes des fluides supercritiques qui présentent une viscosité faible et une densité élevée leur permettant de diffuser rapidement à travers les matières et de solubiliser facilement des composés. Très faiblement polaire, le CO₂ se révèle être un excellent solvant des molécules apolaires ou peu polaires dans les conditions supercritiques. Partant de ce principe, une fois le composé désiré dissous dans le milieu CO₂ SC, il sera aisé d'obtenir l'extrait pur par une simple dépressurisation qui entraîne alors la séparation du CO₂, redevenu gazeux, et de l'extrait, récupéré sous forme liquide, pâteuse ou solide. Les procédés supercritiques s'acquittent des opérations d'élimination des résidus de solvant, opérations indispensables lorsque ce solvant est un composé organique. De plus, les faibles températures mises en œuvre (en général de 40 à 60 °C) permettent de conserver l'intégrité chimique des molécules thermosensibles traitées et de minimiser les coûts opératoires. Ces propriétés font de l'extraction par fluides supercritiques une solution alternative, écologiquement et économiquement viable, utilisée dans des applications toujours plus innovantes et en nombre croissant dans les domaines agro-alimentaire, cosmétique et pharmaceutique.[2]

L'extraction par CO₂ supercritique peut être réalisée à partir de matières premières solides (graines, feuilles, racines, fleurs, ...) par des procédés en batch dont l'application principale concerne l'élaboration de produits

à haute valeur ajoutée utilisés en pharmacie, cosmétique ou diététique. Appliquée à des matières premières liquides (huiles, graisses fondues, ...), l'extraction par CO₂ supercritique, appelée alors fractionnement, peut être réalisée en continu, en vue d'obtenir des produits raffinés (décoloration, désodorisation,...), ou surtout des produits hautement purifiés (acides gras polyinsaturés, lipides polaires, ...), destinés principalement à l'industrie pharmaceutique et cosmétique. Le fractionnement peut être réalisé en mode semi-batch ou continu.[3]

Le mode semi-batch peut être mis en œuvre en adsorbant le matériel sur un support qui retient sélectivement les divers composés de la matrice liquide. Les dispositifs d'extraction semi-batch utilisés pour l'extraction à partir de matrices solides, peuvent alors être utilisés pour réaliser une désorption fractionnée du liquide.[3]



1 Figure 1– Schéma de principe du fractionnement en continu de liquides par CO₂ supercritique.[3]

L'autre possibilité consiste à réaliser un fractionnement en mode continu en utilisant une colonne de séparation à contre-courant fonctionnant à haute pression.

La Figure 1 montre une représentation schématique du procédé impliqué en fractionnement liquide.[3] Dans ce type de procédés, le mélange liquide est introduit en tête de colonne et le solvant supercritique est introduit en pied, de manière à circuler à contre-courant. Deux fractions liquides sont alors collectées : la fraction légère au sommet de la colonne et la fraction lourde en pied.

Les paramètres clés du procédé, qui sont optimisés dans les phases de R&D pour obtenir des fractions enrichies en composés cibles, sont la pression, la température, le type de garnissage de la colonne, le rapport hauteur/diamètre ou encore le taux de reflux.[4]

Dans le cas d'un fonctionnement à reflux, le solvant peut être recyclé après récupération du soluté par décompression. De plus, il est possible de réaliser des fractionnements très sélectifs de composés très voisins en utilisant des colonnes multi-étagées à plateaux perforés ou garnissage fonctionnant à contre-courant avec reflux d'extrait.[3]

Exemples de liquides purifiés par fractionnement supercritique

Une large gamme de mélanges liquides peut être traitée par fractionnement par CO₂ SC. Toutefois, on notera que les équipements de fractionnement supercritique sont difficilement utilisables avec des produits de très

haute viscosité, ou susceptibles de cristalliser ou de se solidifier en entraînant le bouchage des colonnes, comme c'est le cas pour certains mélanges de lipides. Quelques exemples de travaux portant sur le fractionnement par CO₂ SC en continu de charges liquides sont résumés dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Exemples de travaux réalisés entre 2001 et 2013 portant sur le fractionnement par CO₂ SC de liquides.

Auteurs, année	Composés extraits	Pression/ température
Pieck, 2013	Lipides neutres, caroténoïdes	100 bar/ 60 °C
Eller, 2008	Ethyl ferulate Fatty Acid Ethyl Esters	110 bar / 23 - 25 °C
Rincon, 2005	triglycérides	300-400 bar / 25-80 °C
Sesti Osseo, 2005	triglycérides	350 bar / 50 °C
Sesti Osseo, 2003	triglycérides	150-350 bar / 25-55 °C
Senorans, 2003	Ethanol (extrait d'un brandy espagnol)	70-300 bar / 30-80°C
Senorans, 2001	Ethanol (extrait d'un brandy espagnol)	200 bar / 40°C

Parmi les travaux les plus anciens sur les applications des fluides supercritiques, figure la désodorisation de graisses et d'huiles alimentaires par fractionnement par CO₂ SC. Le procédé, breveté par Zosel (Allemagne), est simple à mettre en œuvre et permet d'éviter l'hydrolyse qui est encore aujourd'hui un sujet de préoccupation dans les pratiques actuelles de désodorisation des huiles végétales. Ainsi, la désodorisation totale à basse température de certaines huiles malodorantes d'origine animale (poisson, graisses animales,...) ou végétale (olive, colza, avocat, soja ...), mais également la récupération des arômes de haute valeur de certaines huiles rares (noisette par exemple), sont d'ores et déjà appliquées à grande échelle. [2-3] Citons également dans les travaux les plus anciens le cas de l'extraction sélective, à grande échelle, d'arômes de boissons distillées (rhum, cognac, whisky).[3]



Figure 2: Colonne de fractionnement liquide par CO₂ SC (Extralians)

Le fractionnement supercritique de certains résidus de raffinage des huiles végétales riches en tocophérols permet d'obtenir des fractions très enrichies en vitamine E, dont l'origine naturelle est fort prisée sur les marchés des nutraceutiques et de la cosmétique. Plusieurs études ont également été consacrées au fractionnement de lipides polaires et neutres.[4] Il apparaît possible de fractionner les différentes familles de phospholipides présents dans la lécithine de soja ou le jaune d'œuf, et d'obtenir par exemple une fraction très riche (90 %) en phosphatidylcholine, en utilisant un fluide supercritique constitué de CO₂ additionné d'un alcool.[3].

La technologie de fractionnement supercritique est en plein développement. Un certain nombre de centres de recherche et universités sont aujourd'hui équipées d'unités fonctionnant à l'échelle laboratoire ou

pilote. Citons par exemple, le laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres de l'Université d'Aix-Marseille ou le Laboratoire Génie Chimique de l'Université de Toulouse. Les acteurs industriels français tels que l'Atelier Fluides Supercritiques (plateforme Extralians) et Hitex disposent et mettent à disposition des entreprises des colonnes de fractionnement permettant de traiter des lots industriels.

Conclusions

Solvants non polaires très sélectifs, les fluides supercritiques, et particulièrement le dioxyde de carbone, ouvrent de nouvelles perspectives très prometteuses dans le domaine du fractionnement des lipides ou du raffinage des huiles en vue de l'obtention de produits à haute valorisation destinés à entrer dans des compositions pharmaceutiques ou cosmétiques. Ainsi, dans le cas des mélanges liquides, le fractionnement peut être facilement mis en œuvre en continu et présente un potentiel de développement considérable avec des prix très compétitifs avec les procédés concurrents.

Pour en savoir plus : contact@supercriticalfluid.org ; contact@extralians.fr

Références

- [1] Sarrade S., Benaissi K., Le CO₂ supercritique et ses applications industrielles, L'actualité chimique, 2013, 371-372, 72-77.
- [2] Benaissi, K., Le CO₂ supercritique appliqué à l'extraction végétale, Techniques de l'ingénieur, 2013, CHV 4 015.
- [3] Perrut M., Extraction par fluide supercritique, Techniques de l'Ingénieur, 1999, J 2 770, 1-12.
- [4] Pieck C.A., Crampon C., Charton F, Badens E., Proceedings of 708th Event of the European Federation of Chemical Engineering, 2013, Serbia.

Des formations pour approfondir les principes de l'éco extraction

France Eco Extraction, en partenariat avec l'UESS et l'IFS, vous propose 2 journées de formation techniques sur l'Eco Extraction. Ces formations seront animées par les dirigeants des sociétés REUS et IDCO (voir ci-dessus) et les experts de la plateforme Extralians :

- Le module 1 (le 18 novembre 2014) est consacré aux Micro-ondes et Agro-solvants
- Le module 2 (le 19 novembre 2014) est consacré au CO₂ Supercritique et à l'eau Subcritique

[Consulter le programme complet de la formation](#)

[Vous inscrire](#)

D'autre part, l'IFS propose le 17 mars 2015 une formation sur la catalyse enzymatique et la mise en forme par CO₂ SC dédiée aux industries pharmaceutiques et cosmétiques :

[Consulter le programme complet de la formation](#)

[Vous inscrire](#)

A noter dans vos agendas

Manifestation	Date	Lieu	Thème	Site internet
IFTS Meetings	16 octobre 2014	Lyon, France	Convention d'affaires entièrement dédiée aux acteurs des techniques séparatives	http://www.ifts-meetings.fr/EMAIL/2014/Email_5.html
12ème Congrès Parfum et Cosmétiques	du 19 au 20 novembre 2014	Chartes, France	Cosmétiques et Parfum	http://www.congres-parfumscosmetiques.com/
Advances in natural products analysis	20 novembre 2014	Grasse, France	L'analyse des produits naturels	http://www.pole-pass.fr/advances-in-natural-products-analysis.html
POLLUTEC	du 2 au 5 décembre 2014	Lyon, France	salon international des équipements, des technologies et services de l'environnement	http://www.pollutec.com/
HIE 2014 (Health Ingredients Europe) & NI (Natural Ingredients)	du 2 au 4 décembre 2014	Amsterdam Pays Bas	Salon européen des ingrédients naturels et santé	http://www.figlobal.com/hieurope/home
Les 8èmes rencontres du Végétal	du 12 au 13 janvier 2015	Angers France	Compétitivité et efficience des filières du végétal spécialisé Quels leviers d'action variétaux, agronomiques, technologiques et organisationnels ?	http://rencontres-du-vegetal.agrocampus-ouest.fr/index.php
BIONATS	du 3 au 7 mars 2015	Sharm El-Sheikh, Egypte	4ème conférence Euro-Méditerranéenne sur les produits naturels et phytothérapiques	http://www.bionats.org/
IN COSMETICS 2015	du 14 au 16 avril 2015	Barcelone, Espagne	salon International des ingrédients et des matières premières cosmétiques	http://www.in-cosmetics.com/
VITAFOODS Europe / International	du 5 au 7 mai 2015	Genève, Suisse	salon des ingrédients fonctionnels :	http://www.vitafoods.eu.com
ACHEMA	du 15 au 19 juin 2015	Francfort, Allemagne	World Forum for the Process Industries	http://www.achema.de/en.html
6th European Phycological Congress (EPC6)	23 au 28 aout 2015	Londres, Royaume Uni	6ème congrès européen sur les algues	http://www.epc6.org/6th-european-phycological-congress-epc6

Bulletin d'information périodique de l'Association France Eco Extraction

Directeur de la publication : Olivier Thévenard

Ont participé à la rédaction de ce numéro : Karine Seaudeau, Laurence Touchard-Nicod, Bruno Lebaillif