



NOTE DE RECHERCHE

JANVIER 2017 • V.4, N°1.

PROCÉDÉ INTÉGRÉ D'EXTRACTION DE L'ÉCORCE DE L'ÉPINETTE NOIRE : EXTRAIT AQUEUX ET HUILE ESSENTIELLE

Résumé : Disponibles en très grands volumes, les écorces de l'épinette noire sont des résidus de transformation du bois présentement brûlés pour générer de l'énergie. Cette biomasse, riche en molécules bioactives peut être valorisée par extraction à l'eau pour accéder aux extraits bioactifs. Plusieurs procédés ont été testés et produisent des extraits aux compositions et propriétés très différentes : l'extrait à l'eau chaude riche en polyphénols antioxydants et l'huile essentielle riche en monoterpènes odorants. L'huile essentielle et l'extrait aqueux peuvent être produits simultanément par un procédé intégrant l'extraction à l'eau chaude et l'hydrodistillation tout en préservant le pouvoir calorifique de la sciure résiduelle pour son application courante (combustion). On présente ici deux types d'hydrodistillation: l'entraînement à la vapeur et la distillation à l'eau, en comparant les rendements et les compositions des différents produits.

Applications potentielles et retombées industrielles : Le procédé intégré permet d'offrir une solution de gestion efficace des déchets de transformations du bois par le biais d'un procédé vert produisant deux produits naturels à haute valeur ajoutée. Les secteurs cosmétiques et de la nutrition, constamment à la recherche de nouveaux ingrédients naturels, pourraient être intéressés à commercialiser l'extrait aqueux en tant qu'actifs pour la peau ou en tant que compléments alimentaires antioxydants. L'huile essentielle, quant à elle, pourrait enrichir la palette du parfumeur ou être employée en aromathérapie.

INTRODUCTION

Chaque année au Québec sont produites plus de deux millions de tonnes métriques anhydres (masse sèche) d'écorces, résidus de l'industrie de transformation du bois. Ces écorces sont généralement enfouies ou brûlées pour générer de l'énergie. D'un point de vue chimique, c'est un véritable gâchis lorsque l'on sait que beaucoup de molécules d'intérêt thérapeutiques ont été découvertes dans des écorces, notamment le Paclitaxel, un puissant anti-cancer provenant de l'écorce de l'if (*Taxus baccata* L.) ou l'acide salicylique, précurseur de l'aspirine, isolé de l'écorce du saule (*Salix alba* L.). L'épinette noire, *Picea mariana* Mill., Britton, est une des essences les plus exploitées dans les scieries pour la qualité de son bois de charpente; les écorces résiduelles sont ainsi disponibles en grands volumes. Riche en polyphénols bioactifs, les extraits à l'eau chaude d'écorces d'épinette noire ont démontré des activités antioxydante et anti-inflammatoire ainsi qu'une non-toxicité cellulaire. Les écorces contiennent également une autre classe de molécules d'intérêts, les terpènes aux propriétés parfumantes qui peuvent être extraits par hydrodistillation. L'objectif de cette recherche est de combiner deux types d'extraction, hydrodistillation et extraction à l'eau chaude dans un même procédé tout en évaluant le pouvoir calorifique des écorces résiduelles extraites.

I. MATÉRIEL ET MÉTHODE

• L'écorce fraîche d'épinette noire a été récoltée par la scierie Boisaco Inc, Sacré-Coeur, Québec, Canada en juin 2015 dans le secteur de Labrieville, à 140 km de Forestville, Québec, Canada. L'écorce a été broyée et

tamisée pour sélectionner des particules entre 1 et 2 mm.

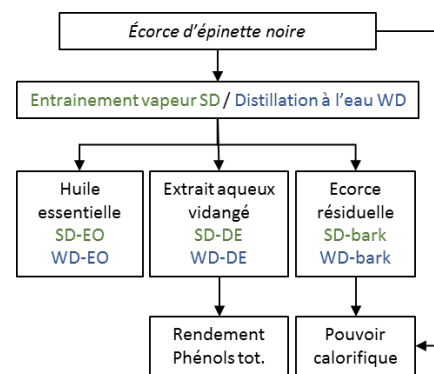


Figure 1. Schéma du protocole d'expérience, détaillant les étapes et produits obtenus.

• L'écorce a été hydrodistillée dans un extracteur de 20L pendant 6h selon deux types d'hydrodistillation: l'entraînement à la vapeur (SD) et la distillation à l'eau (WD). Le principe de l'hydrodistillation est de créer un flux de vapeur d'eau qui, en traversant la matière première, va pouvoir entraîner les molécules volatiles odorantes. Cette vapeur chargée en composés est ensuite condensée par refroidissement lors de son passage par un réfrigérant. Le distillat obtenu se sépare en deux phases distinctes : la phase organique ou huile essentielle (qui surnage) et la phase aqueuse (eau de distillation). La seule différence entre ces deux distillations est que dans le cas de l'entraînement à la vapeur, l'écorce est uniquement traversée par la vapeur

alors que dans la distillation à l'eau, l'écorce est immergée dans l'eau. Lors de ces procédés, deux extraits sont obtenus : l'huile essentielle (SD-EO et WD-EO) et l'extrait aqueux (SD-DE et WD-DE) ainsi que la matière première résiduelle (SD-bark et WD-bark) (Figure 1). Une extraction à l'eau chaude de l'écorce a également été effectuée à titre de contrôle selon les paramètres suivant : 100°C, 60 min, ratio écorce/solvant 1:10.

- Le rendement en extrait exprimé en pourcentage correspond à la masse d'extrait obtenu sur la masse d'écorce brute anhydre. Le taux de phénols totaux a été mesuré par spectrophotométrie UV-visible grâce au test colorimétrique de Folin-Ciocalteu, selon une méthode adaptée de Scalbert *et al.*. Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique équivalent (GAE), par g d'extrait sec.

- Le pouvoir calorifique supérieur d'échantillons compactés de 0,7 g d'écorce a été déterminé à l'aide d'un calorimètre (Parr 6400 Automated Isoperibol Calorimeter, Parr Instrument Company Illinois, USA). Quatre échantillons ont été testés en triplicatas : l'écorce brute, l'écorce entraînée à la vapeur (SD-bark), l'écorce distillée à l'eau (WD-bark) et l'écorce extraite à l'eau chaude (HWE-bark).

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

- Les deux procédés SD et WD sont équivalents pour la production de l'huile essentielle (résultats non présentés), ainsi il est intéressant d'analyser les différences obtenues pour les extraits aqueux vidangés (SD-DE et WD-DE), produit simultanément.

- En termes de rendement, l'extrait aqueux obtenu par entraînement à la vapeur (SD-DE) possède un rendement très faible de $1,4 \pm 0,1$ % comparé à celui obtenu par distillation à l'eau (WD-DE) qui atteint les $21,6 \pm 1,7$ % (Figure 2). WD-DE a un rendement supérieur à celui obtenu par extraction à l'eau chaude (HWE-D), faisant de la distillation à l'eau un procédé plus efficace que l'extraction classique pour le rendement.

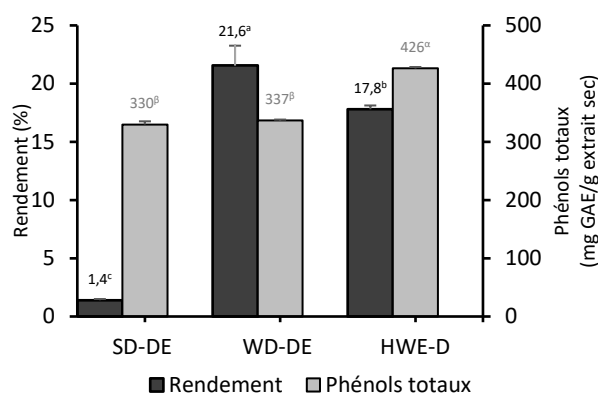


Figure 2. Rendements et taux de polyphénols totaux pour les deux types d'hydrodistillation et l'extraction à l'eau chaude. a, b et c indiquent les différences significatives entre les rendements des extraits et a et B pour le taux de polyphénols selon le test du LSD ($p < 0.05$).

- Les deux extraits obtenus par le procédé intégré (SD-DE et WD-DE) présentent un taux équivalent en polyphénols (330 ± 5.4 et 337 ± 1.2 mg GAE/g d'extrait sec), composés d'intérêt thérapeutique. Ce taux est inférieur à l'extrait contrôle (426 ± 2.4 mg GAE/g extraits secs) mais reste néanmoins un taux correspondant à la littérature².

- Les écorces extraites restent toutefois disponibles pour la valorisation thermique, comme indiquent les résultats présentés dans le Tableau 1.

Tableau 1. Pouvoir calorifique supérieur de l'écorce brute et traitée.

	Brute	SD-bark	WD-bark	HWE-bark
Pouvoir cal. sup. (MJ/kg)	20,89 (0,10)	20,06 (0,06)	20,35 (0,07)	20,29 (0,11)

Les résultats sont exprimés en moyenne et écart type entre parenthèses.

- Les résultats obtenus pour le pouvoir calorifique supérieur des écorces traitées (SD-bark, WD-bark et HWE-bark) et non traitées (brute) ne montrent pas de différences importantes ; les valeurs autour de 20 MJ/kg sont en accord avec la littérature³. Il n'y a donc pas de diminution de la capacité calorifique des écorces après hydrodistillation et/ou extraction à l'eau chaude.

III. CONCLUSIONS

- Les résultats démontrent qu'il est possible d'obtenir simultanément deux produits différents, l'extrait aqueux et l'huile essentielle grâce au procédé intégré.

- La distillation à l'eau est le type d'hydrodistillation à privilégier puisqu'elle permet d'obtenir un rendement très élevé en extrait aqueux tout en préservant un taux de polyphénols intéressant.

- Les écorces résiduelles conservent leur pouvoir calorifique après traitement; elles restent donc disponibles pour combustion après récupération des molécules d'intérêt.

- Cette étude représente une nouvelle approche de valorisation des écorces comme résidus de transformation du bois par la production de deux produits à haute valeur ajoutée et pourrait être transposée à d'autres essences de conifères.

¹ Scalbert, A., Monties, B., & Janin, G. (1989). Tannins in wood: comparison of different estimation methods. *J. Agric. and Food Chem.*, 37(5), 1324-1329.

² García-Pérez, M. E., Royer, M., Duque-Fernandez, A., Diouf, P. N., Stevanovic, T., & Pouliot, R. (2010). Antioxidant, toxicological and antiproliferative properties of Canadian polyphenolic extracts on normal and psoriatic keratinocytes. *J. Ethnopharmacol.*, 132(1), 251-258.

³ Harder, M. L., and D. W. Einspahr. 1978. An update of bark fuel values of important pulpwood species. *Tappi* 61(12):87-88.

Auteure: Nellie Francezon M.Sc., Tatjana Stevanovic Ph.D.,

Pour plus d'informations: Tatjana Stevanovic, professeur titulaire
Tatjana.Stevanovic@sbf.ulaval.ca ; (418) 656-7337

Centre de recherche sur les matériaux renouvelables, Pavillon Gene-H.-Kruger,
 2425 rue de la Terrasse, Université Laval, Québec, Qc, Canada G1V 0A6
<http://www.materiauxrenouvelables.ca>