

La Pivoine

LE MAGAZINE DE LA FILIÈRE PARFUMERIE-COSMÉTIQUE

COSMÉTIQUES ET SPORT
Un duo gagnant

COSMETIC VALLEY
**30 ans de réussite
industrielle**

Extraction végétale pour la cosmétique, le meilleur de la technologie et de la nature

Extraire de la nature ce qu'elle a de meilleur dans une démarche éco-responsable, est l'enjeu de la formulation durable d'un produit cosmétique, revisitant ses étapes de développement. Pour ce faire, acteurs universitaires et industriels s'associent pour investiguer de nombreux axes de recherche dans l'extraction des molécules d'intérêt cosmétique. En ligne de mire : la qualité des extraits, la consommation de ressources et l'efficacité énergétique.

Les industriels de la filière cosmétique sont de plus en plus à la recherche de molécules biosourcées. La valorisation de biomasses induit de nouvelles technologies qui doivent répondre aux enjeux de rentabilité et d'éco-responsabilité. Le procédé d'extraction des molécules d'intérêt entrant dans la formulation des produits cosmétiques est une étape clé. En effet ces molécules d'intérêt, présentes généralement à de très faibles concentrations dans les plantes, doivent nécessairement être extraites de leur matrice végétale afin de pouvoir être utilisées en formulation. Différents procédés d'extraction ont été mis au point, des plus conventionnels tels que l'extraction à l'eau ou par solvant pétrochimique, l'entraînement à la vapeur, l'hydrodiffusion et la macération, jusqu'aux technologies innovantes et durables et l'utilisation de solvants alternatifs.

L'extraction végétale consiste ainsi à chercher, isoler et extraire les composés d'intérêt et les actifs présents dans les plantes afin de

les utiliser dans des produits cosmétiques *via* la méthode d'extraction la plus adaptée aux molécules ciblées et à la plante à travailler. « *Les parties de la plante concernées par l'extraction ne se résument pas uniquement aux feuilles, à la fleur ou au fruit ; l'intégralité de la plante, de la racine, aux graines en passant par l'écorce peuvent faire l'objet d'une extraction d'actifs* », indique Hélène Ducatel, directrice



Hélène Ducatel, Directrice innovation, Extractis

innovation chez Extractis. Au final, ce sont plusieurs centaines de matières premières naturelles qui conduisent à plusieurs milliers d'ingrédients naturels.

Méthodes d'extraction

Si les méthodes d'extractions sont nombreuses, deux grandes familles d'extraits naturels peuvent traditionnellement être distinguées : les extraits obtenus par hydro distillation, entraînement à la vapeur nommés huiles essentielles et les produits obtenus par extraction à l'aide d'un solvant (ou d'un mélange de solvants). À ces méthodes s'ajoutent l'extraction enzymatique, et l'extraction utilisant les micro-ondes et ultra-sons.

- L'extraction par solvants : méthode utilisant des solvants pour dissoudre les actifs d'une plante pour ensuite les séparer du solvant via évaporation ou filtration. Les solvants tels que l'éthanol, l'hexane ou le méthanol peuvent être utilisés pour extraire une large gamme de composés. Cependant, cette méthode est discutée en raison de l'utilisation de solvants chimiques, pétrosourcés.
- La macération : méthode consistant à laisser une plante au contact d'un liquide afin de récupérer ses actifs.



Extraction enzymatique : exemple de la baie d'argousier

La baie d'argousier est un superfruit qui regorge naturellement d'oméga (3, 6, 7 et 9), de vitamines (A, C, E et P), de

polyphénols et d'oligo-éléments.

Entreprise familiale à Bordeaux, La maison de l'argousier, cultive 26 ha de champs d'argousiers de variété Clara, certifiée en Agriculture Biologique depuis 2018. Les baies sont congelées 2 h après la récolte pour conserver l'ensemble de leurs principes actifs. Elles ne seront jamais montées en température pour éviter leur altération. L'eau native et l'huile végétale biologiques sont ensuite extraites des baies d'argousier par un procédé enzymatique, certifié COSMOS.



© Guillaume Crochet

- La distillation : méthode classique d'extraction des huiles essentielles à partir de plantes.
- La décoction : l'eau est mise au contact de la matière végétale à ébullition
- L'infusion : l'eau est mise au contact de la matière végétale à ébullition puis refroidie
- La digestion : le solvant est chauffé et maintenu à une température constante sur une durée de plusieurs heures
- La combinaison de plusieurs méthodes et solvants pour améliorer les résultats de l'extraction.

Cependant, ces composés sont connus comme étant thermosensibles et vulnérables aux réactions chimiques. La perte de certains constituants, la dégradation de certains composés insaturés par effet thermique ou par hydrolyse, ainsi que la présence de résidus de solvants peuvent être engendrées par ces techniques d'extraction.

Procédés d'extraction : quels enjeux ?

Par ailleurs tous les acteurs s'accordent sur ce même principe : les procédés d'extraction développés aujourd'hui doivent limiter l'impact sur l'environnement et préserver l'intégrité des molécules actives présentes naturellement dans les plantes. (cf. encadré sur l'éco-extraction).

L'éco-extraction

«Le domaine de l'extraction est ainsi depuis quelques années en pleine mutation avec l'essor de l'éco-extraction. Cela a pour but de développer une chimie durable utilisant moins de solvants, moins d'énergie et diminuant les rejets, tout en assurant la qualité des produits finis», analyse Xavier Fernandez dont le groupe Métabolome et Valorisation de la Biodiversité Végétale (MVBV) de l'Institut de Chimie de Nice, Université Côte d'Azur développe des études sur l'éco-extraction des végétaux. La recherche dans ce domaine ne cesse de croître pour découvrir de

nouveaux procédés efficaces et ainsi apporter une contribution significative au développement durable. Une définition de l'éco-extraction a été proposée par F. Chemat dès 2011 : «l'éco-extraction est basée sur la découverte et la conception de procédés d'extraction permettant de réduire la consommation énergétique mais aussi de favoriser l'utilisation de solvants alternatifs - afin d'éliminer les solvants pétroliers - et d'une ressource en végétal renouvelable et innovante, tout en garantissant un produit/extrait sûr et de qualité».

«Les enjeux de l'éco-extraction sont de favoriser l'innovation par l'utilisation de ressources végétales renouvelables avec des filières responsables, réduire la consommation énergétique et la consommation d'eau ou de solvant par le développement de technologies innovantes, mais aussi d'ajouter des étapes de purification permettant d'obtenir un extrait plus performant, avec une empreinte carbone plus faible et sans contaminant», détaille Hélène Ducatel.



Xavier Fernandez (au centre) et l'équipe du groupe Métabolome et Valorisation de la Biodiversité Végétale (MVBV), Institut de Chimie de Nice, Université Côte d'Azur.

«Ce qui peut se résumer à trois grands domaines :

- **La maîtrise de la ressource** permettant notamment de valoriser l'ensemble des fractions d'une matière première ou en valorisant des coproduits issus d'autres secteurs comme celui des industries agro-alimentaires (exemple le tourteau de colza ou le son de moutarde).

- **les techniques d'extraction** pour extraire différemment une même matière végétale afin d'améliorer l'extractibilité des molécules d'intérêt par l'utilisation de nouveaux solvants (comme le CO₂ supercritique ou un solvant biosourcé obtenu à partir de bagasse de canne à sucre par exemple) ou par l'utilisation de nouvelles technologies (comme avec les ultra-sons qui permettent de réduire le temps d'extraction).

- **l'amélioration de l'efficacité énergétique et du coût du procédé**, en utilisant des technologies moins énergivores notamment sur les étapes de concentration ou en couplant par exemple les étapes d'extraction et de purification», conclut la chercheuse.

Aujourd'hui l'éco-extraction se développe donc selon deux grandes voies : l'utilisation de solvants verts issus de la biomasse (huiles végétales, bioéthanol, solvants issus de déchets végétaux comme le méthyl-THF, CO₂ supercritique, eau subcritique...) et l'application de méthodes d'activation (pression, ultra-sons, micro-ondes) pour minimiser la consommation d'énergie.



L'ICOA (université d'Orléans) et le laboratoire ICARE (CNRS Orléans) travaillent sur **l'extraction dynamique en flux continu** qui favorise une meilleure efficacité des échanges entre la plante et le solvant. Cela permet de réduire la consommation de solvants d'extraction classique. La modélisation de la cinétique des flux moléculaires permet de mieux définir les caractéristiques des paramètres d'importance, voire de proposer des géométries de réacteurs plus favorables à ces transferts.

Nouveaux solvants

«*Il n'existe pas à l'heure actuelle de référentiel pour définir le caractère vert ou écologique d'un solvant*», expose X. Fernandez*. Une liste de critères a été proposée dès 2013 pour qualifier un solvant de «vert» : disponibilité, prix, recyclage, grade, synthèse, toxicité, biodégradabilité, inflammabilité, conservation et renouvelable. Les solvants alternatifs sont alors considérés comme «verts» s'ils remplissent plus de critères de cette liste que les solvants conventionnels.

«*Parmi ces alternatives aux solvants fossiles, on peut citer le **agrosolvants** dont les huiles végétales, les **biosolvants** résultant de la fermentation du sucre ou de l'amidon de céréales, de la canne à sucre et des pommes de terre et les **solvants naturels** dérivés à partir de la biomasse lignocellulosique mais aussi des **fluides super-critiques comme le CO₂, des gaz liquéfiés et des solvants verts** (eau sous diverses formes : subcritique, émulsions, etc.)*», conclut X. Fernandez* rappelant que dans tous les cas, la manière idéale est de réaliser l'ACV d'un solvant pour mesurer son empreinte environnementale.

Solvants biosourcés

Le laboratoire MVBV (Université Nice-Côte d'Azur) conduit ainsi des études portant sur «*l'utilisation de solvants durables parmi lesquels, des fractions d'huiles essentielles, les solvants eutectiques profonds (DES) et les liquides ioniques (IL)*. En particulier en 2023, les équipes ont étudié l'extraction de composés antioxydants

à partir de peaux de kiwis à l'aides de DES. Les DES, IL et solvants biosourcés ont également été étudiés comme solvants pour l'extraction de composés volatils à partir de plante de la parfumerie. Ce groupe a aussi étudié l'utilisation de **co-produits comme sources alternatives de composés naturels**, comme le potentiel anti-âge d'un extrait de tige de *Rosa centifolia*, un déchet généré par la production des fleurs utilisée en parfumerie. Finalement les extraits de plantes étant des mélanges très complexes d'un grand nombre de composés naturels, des systèmes biphasiques à base de DES ont été développés et appliqués à la chromatographie de partage centrifuge comme systèmes de séparation durables», détaille Xavier Fernandez.

En région Centre-Val de Loire, deux laboratoires de l'université de Tours, NMS et SIMBA et un laboratoire de l'université d'Orléans LBLGC, travaillent sur l'utilisation des **NaDES**, solvants naturels eutectiques profonds. Ils sont obtenus par le mélange de solides notamment à base de sucres ou d'acides gras qui grâce à leurs propriétés forment un liquide. L'extraction des composés par ces NaDES est favorisée par application conjointe d'ultrasons et, après filtration de la plante, les ingrédients produits peuvent être immédiatement formulés.

Parmi les 34 nouveaux projets lauréats du plan France Relance, GAÏA est un projet agroalimentaire de **solvants biosourcés** mené par EXINNOV, conduit par Alain Tournay et la responsabilité scientifique de Jérôme Guillard (OrgaSynth) de l'IC2MP (Institut de Chimie des Milieux et Matériaux de Poitiers). Le projet GAÏA ambitionne de moderniser et transformer un outil industriel d'extraction unique en France utilisant actuellement des solvants pétrosourcés en un procédé durable utilisant des biosolvants issus de ressources renouvelables et indépendant du pétrocarbone. Cet outil industriel d'extraction sera le seul outil semi industriel continu en Europe adapté à la production de molécules végétales actives naturelles, utilisant des nouveaux solvants biosourcés d'origine agricole, permettant l'extraction des molécules d'intérêts.

* Fernandez Xavier, in Grisel, Savary, *Ingrédients cosmétiques*, Chartres, Cosmetic Valley Editions, 2024.

CO₂ supercritique

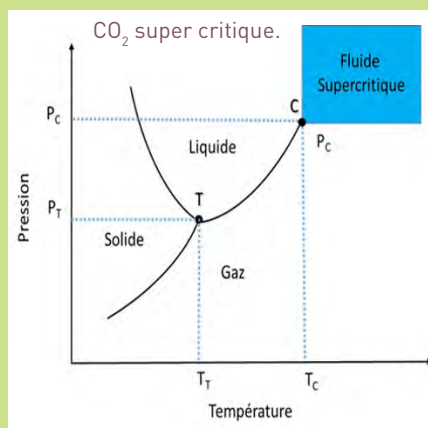


Réaliser une extraction au CO₂ supercritique (SC) permet d'avoir un extrait exempt de tout solvant résiduel puisque le CO₂ s'élimine entièrement et aucune trace n'est présente dans le produit fini, ce qui est plus complexe lors d'une extraction réalisée avec un solvant issu de la pétrochimie. «Un fluide est dit supercritique lorsqu'il est placé dans des conditions de température et de pression au-delà de son point critique : il va alors passer à l'état supercritique, ce qui correspond à une température de 31,1 °C et une pression de 73,8 bar», rappelle Nadine Métais-Vallet, Responsable de la Plateforme Scientifique de l'ISIPCA. À partir de ces conditions : sa densité, son pouvoir solvant et sa diffusivité sont modulables.



«Le CO₂ est un excellent solvant des molécules apolaires ou moyennement polaires dans les conditions supercritiques. Si un co-solvant d'extraction (alcool par exemple pour limiter l'impact environnemental) est ajouté au CO₂ supercritique, ses capacités d'extraction peuvent être améliorées en termes de rendement et de cinétique

d'extraction et permettent d'étendre la gamme de molécules extractibles. Ceci est facilité par le fait que le CO₂ supercritique est miscible avec la plupart des solvants organiques (méthanol, éthanol, acétonitrile...)» complète Cyrille Santerre, PhD, enseignant chimie analytique et éco-extraction à l'ISIPCA. Ainsi, sans avoir les



inconvenients des solvants à base de pétrole ou d'alcool, et préservant l'intégrité des molécules extraites, ce processus est un atout en parfumerie-cosmétique, qui l'utilise notamment avec les extraits de baies de roses, d'immortelle, de sarrasin, de la noix du palmier à ivoire.

L'ISIPCA a été un des partenaires impliqués dans le projet d'innovation collaborative Lipocosm labellisé par COSMETIC VALLEY et impliquant le Groupe Clarins, le CNRS, l'AFSC (Atelier Fluides Supercritiques),

CTIBiotech et la société Stanipharm, spécialisée dans les applications du CO₂ SC. Ces structures ont associé leurs expertises pour développer des actifs lipophiles pour des applications en maquillage et en soin, par extraction de biomasse végétale. Le principe est d'extraire des molécules lipidiques avec un caractère polaire, des phospholipides, en modulant la polarité du CO₂ avec de l'éthanol.

Toutefois, «Si le CO₂ SC est une technique éprouvée depuis plusieurs décennies et en voie de démocratisation, elle est encore difficile à mettre en œuvre au niveau industriel, même si des évolutions sont en cours, conclut Nadine Vallet. Par ailleurs le coût des installations, et le prix des extraits restent des freins».

Ces résultats encouragent toutefois l'entreprise de Tomblaine (Meurthe-et-Moselle), SFE-Process, nommée aux Awards 2023 de Cosmetic 360 pour leur machine d'extraction au CO₂ SC. L'entreprise lorraine, spécialisée dans les équipements sur-mesure d'extraction et de fractionnement de molécules et de composants grâce au CO₂ SC est même en pleine expansion. Ses dirigeants se fondent sur le côté vertueux d'un point de vue environnemental du CO₂ supercritique pour se développer, mais aussi sur un potentiel retour sur investissement de moins d'un an.

Très complémentaire au CO₂ SC, l'eau est un solvant naturel, non toxique utilisé à pression atmosphérique pour l'extraction de molécules polaires. En conditions subcritiques (ou eau pressurisée), elle est comparable à l'éthanol, ce qui permet l'extraction de composés moins polaires.



Sans solvant

L'entreprise de biotechnologies Greentech a breveté de son côté une nouvelle technologie, la cryo-extraction de plantes fraîches qui permet sans solvant de prélever le suc naturel de la plante, dans sa plus grande pureté et

intégrité, et de restituer ses principes actifs avec une efficacité optimale : leur activité biologique est 5 à 10 fois plus élevée que celle des extraits issus des plantes sèches, assure le fabricant. Du ramassage de la plante à la lyophilisation, toutes les étapes se réalisent à

très basse température, conservant ainsi les composants les plus fragiles de la plante : enzymes, vitamines, polyphénols.

Ultra-sons (US) et micro-ondes (MO)

Le Laboratoire GREEN - Groupe de Recherche en Eco-Extraction des produits Naturels à l'université d'Avignon, se focalise sur l'éco-extraction de produits naturels et articule ses recherches notamment sur la mise au point et le développement de procédés d'extraction propres utilisant des technologies innovantes, les micro-ondes (entraînement à la vapeur avec l'eau de constitution de la matière première si elle en est riche) et les ultrasons.



« Notre laboratoire travaille aussi sur l'utilisation des méthodes d'activation (pression, ultrasons, micro-ondes) pour produire des huiles essentielles et extraits », complète Xavier Fernandez. Ces techniques mettent en jeu des phénomènes de transfert de matière ou de chaleur. Les principaux avantages et bénéfices sont la possibilité de travailler sans solvant ou avec très peu de solvant et de bénéficier d'un gain d'énergie. Elles peuvent être utilisées seules ou en combinaison et à travers différentes variantes. La société Oléos a développé un procédé breveté associant cryobroyage, US et MO sous azote dans le développement de ses Oléoactifs.

Extraction enzymatique

Autre axe de valorisation des biomasses végétales et coproduits des industries agricoles : l'extraction enzymatique. L'entreprise Biolie a mis au point cette technologie industrielle qui bénéficie d'un impact environnemental minimal. L'utilisation d'enzymes permet d'obtenir des

ingrédients naturels originaux à partir de différents types de matières premières : plantes, algues, champignons... avec la suppression de tout solvant organique dans la fabrication d'ingrédients naturels, l'eau étant le seul solvant d'extraction. Le procédé est en 3 étapes : le broyage permet de réduire la taille du végétal et d'augmenter la surface disponible pour les enzymes, la réaction enzymatique prend ensuite place dans une cuve agitée et thermostatée en présence d'eau, enfin la séparation centrifuge est la dernière étape du procédé d'extraction. Elle permet d'obtenir un extrait aqueux, une huile végétale et un tourteau. Ces trois fractions sont ensuite travaillées séparément afin d'assurer la qualité microbiologique et leur stabilité et d'en augmenter la qualité, la pureté ou encore la concentration en certains éléments (oligosaccharides, peptides, acides aminés, minéraux...).

Les ingrédients produits grâce à cette technologie sont à destination de nombreux marchés tels que la cosmétique, avec plusieurs avantages, notamment une spécificité élevée pour les composés cibles, une réduction des dommages aux composés thermosensibles, une réduction de la consommation d'énergie par rapport à d'autres méthodes d'extraction, et la possibilité de travailler à des températures plus douces.

Un challenge encore en marche

La recherche sur les nouvelles techniques d'extraction en complément des techniques conventionnelles se poursuit et ce tour d'horizon n'est sans doute pas exhaustif. Il n'en reste pas moins que tous les succès des innovations dans le domaine de l'extraction des matières premières cosmétiques sont le résultat d'un savoir-faire académique et industriel qui relève autant de la physique, de la biologie, du génie des procédés que de la chimie des produits naturels. L'« éco-extraction » des actifs répond ainsi aux défis majeurs du secteur cosmétique : la protection de l'environnement et des consommateurs sur toute une chaîne de valeurs économique et écoresponsable, de la récolte à la commercialisation. ■