

Extraction végétale et actifs

Les actifs naturels sont en pleine progression et à l'origine d'un grand nombre d'innovations en cosmétique. En complément des matières premières, les procédés d'obtention concourent largement à la fabrication d'extraits objectivés. Panorama des techniques d'extraction végétale traditionnelles et innovantes.



L'extraction végétale est un secteur développé dans notre pays. Il participe à faire de la France l'un des leaders de la cosmétique mondiale. Il n'existe pas de procédé ni de solvant universels, ce qui oblige ce secteur à faire sans cesse preuve d'adaptation, d'innovation et de savoir-faire pour proposer une grande diversité de molécules et d'actifs.

► Extraction végétale : une question de technique... et de matière première

À la base de tous les procédés se trouve la plante. Qu'elle provienne de cultures ou de collectes, de sources locales ou d'importation, qu'elle soit fraîche ou sèche, la qualité de la matière végétale est très importante. Les différents opérateurs accordent donc un soin particulier à la sélection et à la qualification de leurs

Plant extraction and cosmetic

Natural active ingredients are on an upswing and behind many cosmetic innovations. In addition to raw materials, extraction processes also contribute significantly to the production of substantiated extracts. Overview of traditional and innovative plant extraction techniques.

Plant extraction is a developed sector in our country. It participates in making France, one of the leading countries in global cosmetics. To date, no universal process or solvent exists, which forces the industry to demonstrate always more adaptability, innovation and know-how, to manage to

offer a wide variety of molecules and actives.

► Plant extraction: a question of technique... and of raw material

All processes are based on a plant. Whether it comes from cultures or from picking, from local sources or

from abroad, whether fresh or dry, the quality of the plant material is very important. The various operators therefore pay a special attention to the selection and qualification of their raw materials. Before entering into plant extraction manufacturing processes, plants can undergo different treatments (washing, drying, sorting, sifting, cutting or grinding, debacterization...).

cosmétiques

matières premières. Avant d'entrer dans les procédés de fabrication d'extraits, les plantes peuvent subir différents traitements (lavage, séchage, tri, tamisage, coupe ou broyage, débactérisation...).

► Les procédés d'extraction : une succession d'opérations unitaires

L'extraction végétale se décline dans trois types d'activités — que les opérateurs pratiquent d'ailleurs souvent à des niveaux différents : la prestation de services, l'extraction-distribution d'ingrédients ou l'extraction-formulation. Berkem, par exemple, se positionne à la fois sur l'extraction à façon et le développement d'actifs, en complément de ses savoir-faire historiques, notamment sur les polyphénols. Les procédés reposent majoritairement sur une extraction solide-liquide. Il s'agit de mettre en contact un solide et un liquide afin d'isoler un ou plusieurs composés solubles dans ce liquide (solvant). Un procédé d'extraction

végétale regroupe un certain nombre d'opérations unitaires associées à des techniques et équipements variés. À la suite des opérations effectuées sur la plante, s'enchaînent — parfois dans un ordre différent — des étapes d'extraction (*stricto sensu*), de séparation de la plante et du solvant, de purification ou d'enrichissement sur les liquides, de concentration, de maîtrise microbiologique, de séchage et de travail des poudres, ponctuées de contrôles en cours de procédé.

► Extraction traditionnelle, technologies différenciantes

La majeure partie des actifs cosmétiques est produite selon des méthodes dites conventionnelles. La figure 1 présente les principales étapes, opérations unitaires et techniques utilisées en cosmétique sur lequel nous avons tenté de mettre en évidence les techniques les plus fréquentes. Ces procédés permettent de produire des extraits liquides, solides, ou pâteux. Les actifs sont parfois

amenés jusqu'au stade extrait sec avant d'être remis en solution dans le solvant choisi pour en faire des ingrédients de formulation. Les acteurs se distinguent par leurs équipements (capacité, tailles de lots, polyvalence), les solvants employés, leur savoir-faire interne, leur spécialisation vers certaines familles de molécules et/ou certaines technologies. Quelques exemples d'avancées : la distillation moléculaire dont disposent Expanscience ou Veg'Extra — ce dernier a également mis en place une technique de concentration membranaire (température ambiante, pression atmosphérique) ; le séchage par zéodratation chez le Groupe Alban Muller (basse température, haute qualité, séchage d'extraits « difficiles », faible coût énergétique et recyclage de la chaleur produite) — plus de 4 M€ ont été investis ces dernières années pour la mise en place de ses deux unités ; trois chaînes d'extraction en continu chez Pierre Fabre. Financièrement, les procédés d'extraction pèsent lourd sur les postes « investissement » et « énergie » des entreprises.

active ingredients

► Extraction processes: a succession of unit operations

Plant extraction can be found in three types of activities – which operators often practise at different levels: service delivery, ingredient extraction-distribution or extraction-formulation. Berkem, for example, focuses both on contract extraction and on the development of actives, in addition to its historical know-how, particularly in polyphenols.

Processes are mostly based on solid-liquid extraction, which consists in bringing a solid and a liquid in contact in order to isolate one or more soluble compounds in the given liquid (solvent). A plant extraction process consists of a number of unit operations associated with all sorts of techniques and equipment.

Once the operations are undertaken on the plant, the following steps come, one after another – sometimes in a different order: extraction (strictly speaking), plant and solvent separation, purification or enrichment on liquids, concentration, microbiological control, drying and powder work, punctuated by in-process controls.

► Traditional extraction, differentiating technologies

Most cosmetic actives are produced following so-called conventional methods. The figure 1 shows the main steps, unit operations and techniques used in cosmetics, in which we tried to highlight the most commonly used techniques. These processes enable to produce liquid, solid,

or pasty extracts. Actives are sometimes brought to the stage of dry extract before they are re-dissolved in the chosen solvent to turn them into formulation ingredients. Players distinguish one another by their equipment (capacity, batch sizes, versatility), the solvents used, their in-house know-how, their specialization in certain families of molecules and/or certain technologies. Some examples of advances: molecular distillation that Expanscience or Veg'Extra utilise – the latter having also implemented a membrane concentration technique (room temperature, atmospheric pressure); the drying technology by zeodration with the Alban Muller Group (low temperature, high quality, drying of “difficult” extracts, low energy cost and recycling of the heat produced) – more than €4 million have been invested in recent years for the development of its two units;

► La RSE, de l'engagement à la stratégie d'entreprise

La prise en compte de l'environnement, du développement durable, puis du concept global de RSE sont largement intégrés par tous les acteurs. Ils influent sur les procédés, les pratiques et organisations de production, les conditions de travail... au bénéfice de tous. La RSE peut devenir un engagement stratégique. Le Groupe Alban Muller en est un exemple avec les « jardins d'eau et de biodiversité » à côté de son usine (reconstitution de milieux humides propices au retour de la flore et de la petite faune) et son soutien à l'Herboretum (jardin de biodiversité consacré aux plantes de la beauté et de la santé) qui complètent l'équipement de zéodratation, une maîtrise de l'empreinte carbone et une valorisation optimisée des déchets. Chez Pierre Fabre, on souligne également la valorisation énergétique des résidus d'extraction (60 % d'économie d'énergie sur le site de Soual).

three continuous extraction lines at Pierre Fabre. Financially speaking, extraction processes weigh heavily on companies' "investment" and "energy" items.

► CSR, from commitment to corporate strategy

Such issues as environment, sustainable development, then the overall concept of CSR are fully integrated by all stakeholders. They impact processes, production practices and organizations, working conditions... for the benefit of all. The CSR can become a strategic commitment. The Alban Muller Group epitomizes this with the "water gardens dedicated to biodiversity" next to its factory (reconstitution of wetlands favouring the return of flora and small wildlife) and with its support to the Herboretum (a biodiversity garden dedicated to cosmetic and health plants) that complement the zeodration

► Eco-extraction et agrosolvants

Les techniques d'éco-extraction se développent assez largement ces dernières années pour des applications alimentaires, en France et en Italie. Notre pays fait preuve de dynamisme et de référence dans ce domaine, à travers différentes initiatives nées pour partie en région PACA (voir encadré ci-contre). En cosmétique, leur utilisation pour la production d'actifs reste encore limitée à quelques acteurs, qui en font parfois l'un de leurs atouts, mais de nombreux développements sont en cours. Outre la réduction, voire l'absence de solvants et une limitation des coûts énergétiques, ces techniques apportent quasiment toutes des améliorations quantitatives et qualitatives aux procédés d'extraction.

Le CO₂ supercritique (SC) est la plus connue et utilisée (plus de 300 unités existent dans le monde). L'état supercritique — au-delà des états gazeux et liquide sous l'effet de pressions et températures (31°C et 74 bars dans le cas du CO₂) — confère aux fluides des propriétés utilisées en parfumerie et en cosmétique pour l'obtention de molécules apolaires ou peu polaires (huiles essentielles, arômes, corps gras) en l'absence de traces de

equipment, a control of the carbon footprint and an optimized recycling of effluents. At Pierre Fabre, the energy recovery of extraction residues (60% of energy saving on the Soual site) is also emphasized.

► Eco-extraction and agrosolvents

Eco-extraction techniques have developed quite extensively in recent years for food applications, in France and Italy. Our country is dynamic and stands as a reference in this field, through various initiatives, that emerged partly in the PACA region (see box). In cosmetics, their use for the production of actives is still confined to a few actors who sometimes highlight it as one of their strong points, but a number of developments are under way.

solvants. Juste en deçà de l'état critique, certains fluides possèdent également d'intéressantes propriétés à l'état liquide. L'eau est un solvant naturel, non toxique utilisé à pression atmosphérique pour l'extraction de molécules polaires ou très polaires. En conditions subcritiques (ou eau pressurisée), elle possède des propriétés diélectriques comparables à celles de l'éthanol ou du méthanol, ce qui permet l'extraction de composés moins polaires et qui s'avère donc une technique très complémentaire du CO₂ SC. Nat'Inov en a fait l'une de ses spécialités avec son unité industrielle.

Les ultrasons (US) et les micro-ondes (MO), d'exploitation plus récente, peuvent être utilisés seuls 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. Associé à des choix judicieux du couple plante-huile (solvant d'extraction), il permet d'obtenir des extraits plus riches en activité antioxydante en préservant leur état d'oxydation. Nuxe, par exemple, en a fait une revendication forte (voir également Expression Cosmétique N° 25, p. 106-107).

IES Labo utilise les US depuis plusieurs années pour la production d'actifs, en

In addition to the reduction or the absence of solvents and limited energy costs, these techniques provide almost all the quantitative and qualitative improvements to extraction processes. Supercritical CO₂ (SC) is the best-known and used process (more than 300 units exist across the world). The supercritical state - beyond gaseous and liquid states under the effect of pressure and temperature (31°C and 74 bars in the case of CO₂) - provides fluids with properties used in perfumery and cosmetics to obtain apolar or slightly polar molecules (essential oils, aromas, fats) with no traces of solvents. Just below the critical state, some fluids also have interesting properties in the liquid state. Water is a natural, non-toxic solvent used at atmospheric pressure for the extraction of polar or highly polar

complément des techniques conventionnelles. Codif et Crodarom s'appuient sur des extractions par MO.

Le Groupe L'Occitane développe des actifs par US, MO, US-MO, CO₂ supercritique ou d'eau subcritique au sein de son Laboratoire d'Expertise Végétale et les produits en partenariat avec des adhérents de France Eco-Extraction.

Les techniques d'extraction par champs électriques pulsés (CEP) ou par induction thermomagnétique directe (ITMD) font l'objet d'essais pilote mais ne sont pas encore utilisées en production. Parmi les techniques par détente (FlashD, DIC...), seule la DIC semble utilisée pour des huiles essentielles. Les différents agrosolvants développés ces dernières années, issus de la chimie des sucres ou des huiles, les terpènes ou hydrotropes ne sont pas, à ce jour, utilisés en cosmétique (hormis l'éthanol). Naturex s'engage aussi résolument dans les éco-extractions : le laboratoire Ortesa*, centre de développement commun avec le laboratoire Green (Université d'Avignon) est doté des principales technologies et a pour ambition de devenir un centre d'excellence et d'innovation en éco-extraction. On conforte ce point de vue chez Pierre Fabre en soulignant qu'il faut se préparer à un saut technologique.

France Eco Extraction : une association en faveur de l'éco-extraction du végétal

An association promoting plant eco-extraction

En 2012, trois pôles de compétitivité - Pass (Parfums Arômes Senteurs Saveurs), Trimatec (Ecotechnologies) et Terralia (Filières fruits & légumes, céréales, vigne et vin) - appuyés par des partenaires techniques experts - le laboratoire Green de l'Université d'Avignon, l'association innovation fluides supercritiques (IFS), l'UESS et FranceAgriMer - ont créé l'association France Eco-Extraction afin de participer au développement et à la promotion des techniques d'éco-extraction et des agrosolvants. Voir par exemple le projet Eco-Extraction Transfrontalière/EET (www.eet-alcotra.eu) terminé fin 2013.

In 2012, three clusters - Pass (Parfums Arômes Senteurs Saveurs), Trimatec (Ecotechnologies) and Terralia (fruits & vegetables, cereals, vine and wine channels) - supported by expert technical partners - the Green laboratory within the University of Avignon, the association Innovation Fluides Supercritiques (IFS), the UESS and FranceAgriMer - created the association France Eco-Extraction to participate in the development and promotion of eco-extraction techniques and agrosolvents. See for example the Eco-Extraction Transfrontalière/EET project (www.eet-alcotra.eu) completed end of 2013.

molecules. In a sub-critical state (or pressurized water), it has dielectric properties, which are comparable to ethanol or methanol, allowing for the extraction of less polar compounds and which is therefore a technique very complementary to SC CO₂. This is actually one of the specialties of Nat'Inov with its industrial unit.

Ultrasound (US) and microwaves (MW), more recent processes, can be used alone or in combination and with different variants. Oléos company has developed a patented process combining cryogenic grinding, US and MW under nitrogen, for the development of its Oléoactifs. Associated with a judicious choice in the plant-oil couple (extraction solvent), it provides extracts with a higher antioxidant activity by preserving their oxidation state. Nuxe, for example, has been

actually using it as strong claim (see also Expression Cosmétique, issue No. 25, pages 106-107).

IES Labo has been using US for several years to produce actives, in addition to conventional techniques. Codif and Crodarom rely on MW extractions.

L'Occitane Group develops its actives using US, MW, US-MW, supercritical CO₂ or subcritical water within its Plant Expertise Laboratory and produces them in partnership with the members of France Eco-Extraction. Extraction techniques using pulsed electric fields (PEF) or direct thermo-magnetic induction (DTMI) are subject to pilot testing but are not yet used in production. Among pressure-drop techniques (FlashD, DIC...), only the DIC (Détente Instantanée Contrôlée, Instant Controlled Release) seems to be used for es-

sential oils. The various agrosolvents developed in recent years, originating from the chemistry of sugars or oils, terpenes or hydrotropes are not, so far, used in cosmetics (except ethanol). Naturex has also engaged resolutely in eco-extractions: the Ortesa laboratory, a joint development centre with the Green laboratory (University of Avignon) hosts all the key technologies and aims to become a centre of excellence and innovation in eco-extraction. This point of view is confirmed at Pierre Fabre by stressing on the need to prepare for a technological leap. The group is a co-founder of the green chemistry cluster Midi-Pyrénées, launched early 2014. Among the changes studied: CO₂ SC, US, MW but also cell cultures, enzymatic hydrolysis or solvent-free extraction.*

La Flash Détente et la DIC

Flash Détente and DIC

Il s'agit de deux techniques associant des traitements thermiques courts à une détente vers un vide poussé.

La flash détente consiste à chauffer rapidement (< 4 min) la matière végétale à 85-90°C et sous pression suivie d'une mise sous vide (environ 30 mBar) et retour à la température ambiante en quelques secondes. Elle est utilisée par exemple en vinification, dans la préparation de jus de fruits ou d'extraits (salade, oignons) pour favoriser l'extraction de polyphénols.

La DIC (détente instantanée contrôlée) repose sur un traitement thermique de courte durée (< 1 min) à haute température (< 180°C) et haute pression (<20 bars) suivie d'une détente très rapide vers le vide (30-40 mbars en 20-200 ms).

Elles sont toutes deux assez répandues (plus de 150 unités de flash détente par exemple) mais, en cosmétique, seule la DIC fait l'objet de quelques applications.

These two techniques associate a brief heat treatment followed with a high vacuum release. The flash détente process consists in quickly heating, under pressure (<4min), the plant material to 85-90°C and then subject it to a vacuum (of about 30mbar) and then to bring it back to room temperature in a few seconds. It is used for example in wine-making, in the preparation of fruit juices or extracts (lettuce, onions) to improve the extraction of polyphenols. DIC (Détente Instantanée Contrôlée, Instant Controlled Release) is based on a brief heat treatment (<1min) at a high temperature (<180°C) and high pressure (<20bar) followed by a rapid vacuum release (30 - 40mbar in 20-200ms). They both are quite widespread (more than 150 flash détente units exist for example), but in cosmetics, only the DIC is subject to some applications.

Le groupe est cofondateur du cluster chimie verte Midi-Pyrénées, lancé début 2014. Parmi les évolutions étudiées : CO₂ SC, US, MO mais aussi les cultures cellulaires, l'hydrolyse enzymatique ou l'extraction sans solvant.

► Solutions alternatives et sans solvant

Les plantes à traire® (Plant Advanced Technologies - PAT) constituent l'une des innovations majeures de ces dernières années. Sous l'effet de stimulations environnementales, les plantes sélectionnées, cultivées hors sol, produisent des molécules d'intérêt par exsudation racinaire. Le procédé PAT plantes à traire® (brevet INRA-INPL) permet de produire des actifs à forte valeur à partir d'espèces rares ou protégées sans détruire la ressource végétale (cf. Expression Cosmétique N°20 p.134 & 21 p.118).

Greentech se démarque également avec ses gammes de cryoextraits de plantes fraîches (intégrité des principes actifs préservée) et les nouveaux Ferment'Actives (fermentation optimisée associant une plante et un microorganisme

produisant des extraits plus riches et actifs).

Une autre solution originale : une ligne de production « tout en un » (Laboratoires Cosmalia) qui permet d'incorporer des plantes fraîches directement en cours de production avec une filtration finale pour éliminer les insolubles, l'extraction se réalisant au contact des autres ingrédients de la formule. Une unité autonome dont une version intègre un équipement de DIC. L'extraction végétale a traversé les siècles et s'affirme aujourd'hui comme un partenaire clé des industries cosmétique, pharmaceutique ou alimentaire. Marquée d'une dynamique basée sur l'innovation, elle semble décidée à intégrer des pratiques et procédés de plus en plus verts. ■

*Ortesa : Optimization and Research of Extraction Technologies and Alternative Solvents – Ce projet a été l'un des sept lauréats 2013 du programme Labcom de l'ANR et a bénéficié d'une subvention.

This project was one of seven winners of the ANR's 2013 Labcom program and as such, received a grant.

Patrick BRENAÇ Conseil indépendant ingrédients naturels et procédés

Independent Advisor
natural ingredients and
processes

Patrick.brenac@wanadoo.fr
Tél. +33 (0)6 62 49 61 62



► Alternatives and solvent-free solutions

Les plantes à traire® (Plants Milking) (Plant Advanced Technologies-PAT) is one of the major innovations of these past few years. Under the effect of environmental stimuli, selected plants, cultivated in soil-less medium, produce molecules of interest through root exudation. The PAT Les plantes à traire® (Plants Milking) (INRA-INPL patent) allows for the production of high-value actives originating from rare or protected species without destroying the plant resource (see Expression Cosmétique Issue No. 20 p.134 and Issue No. 21 p.118).

Greentech also stands out with its range of cryoextracts from fresh plants (the integrity of

actives is preserved) and the new Ferment'Actives (an optimized fermentation combining a plant and a microorganism producing richer and more actives extracts).

Another original solution: an "all in one" production line (Laboratoires Cosmalia), which consists in incorporating fresh plants directly in the production process with a final filtration to remove insolubles, the extraction taking place in contact with the other ingredients of the formula. An autonomous unit, a version of which includes a DIC equipment.

Plant extraction has survived the centuries and today is emerging as a key partner for cosmetic, pharmaceutical or food industries. Marked by a dynamic based on innovation, it seems determined to integrate increasingly greener practices and processes. ■

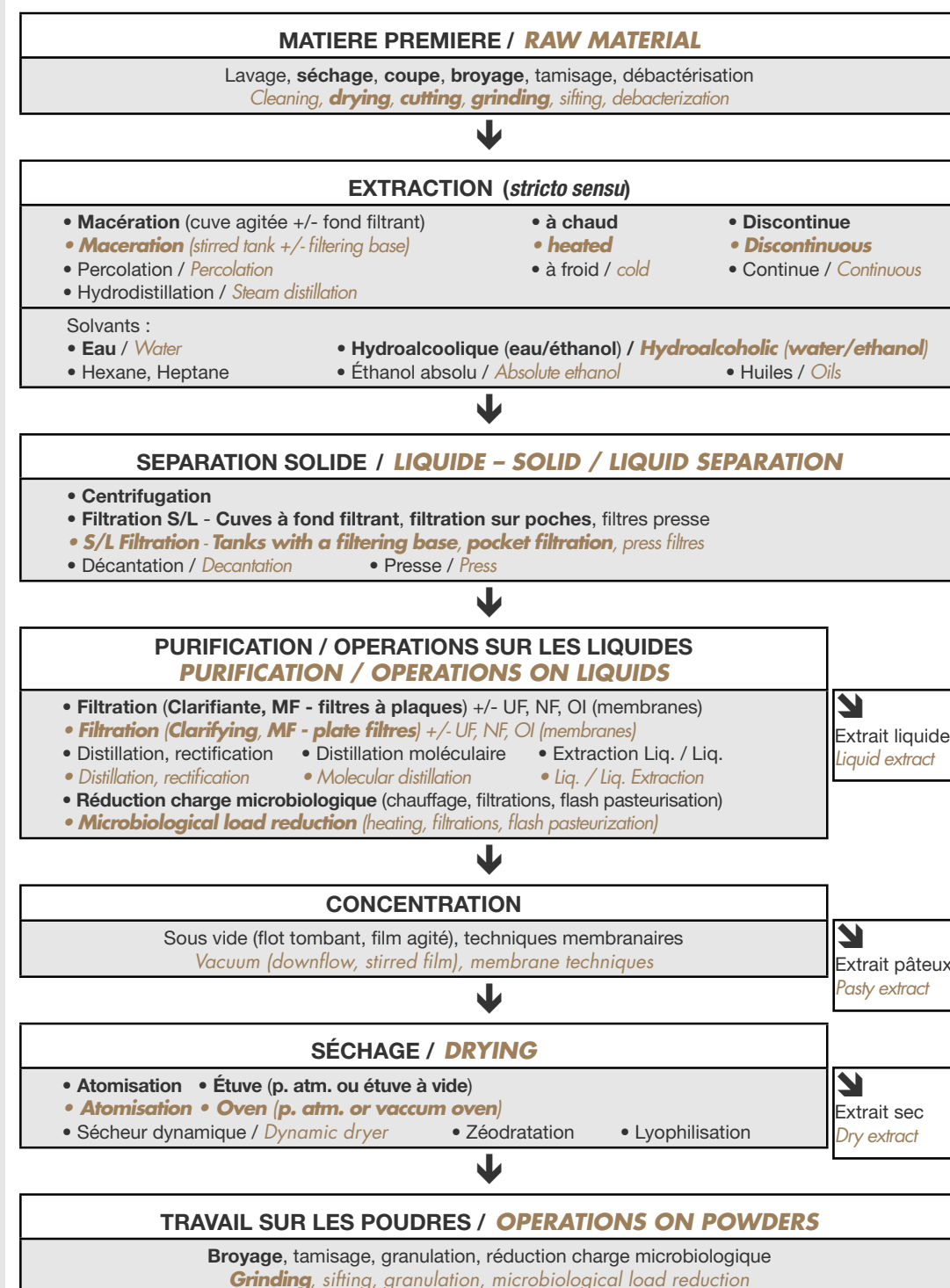


FIGURE 1 :

PRINCIPALES ÉTAPES D'UN PROCÉDÉ D'EXTRACTION VÉGÉTALE TRADITIONNEL POUR LA COSMÉTIQUE,
OPÉRATIONS UNITAIRES ET TECHNIQUES MISES EN ŒUVRE (EN GRAS, LES TECHNIQUES LES PLUS COURANTES).
MAIN STEPS IN A TRADITIONAL PLANT EXTRACTION PROCESS FOR COSMETICS, UNIT AND TECHNICAL OPERATIONS IMPLEMENTED
(IN BOLD, THE MOST COMMONLY USED TECHNIQUES).