

**Intitulé du Sujet de Thèse :** Simulation des cinétiques d'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique : Développement d'une nouvelle méthodologie utilisant le modèle de Sovova et les plans d'expériences

**Laboratoire :** Institut Méditerranéen de Biodiversité et d'Ecologie marine et continentale

**Equipe :** Chimiométrie, Plans d'expériences et Systèmes experts

**Directeur de thèse :** Dr. Magalie Claeys-Bruno

email : m.claeys-bruno@univ-amu.fr

**Contexte de l'étude :**

L'extraction des huiles végétales destinées aux usages alimentaire, cosmétique et pharmacologique est actuellement réalisée soit par pressage hydraulique soit par une extraction à l'aide de solvants organiques polluants (hexane, éther de pétrole, chloroforme, etc.), non sélectifs et qui sont susceptibles de laisser des traces de résidus potentiellement toxiques. Les techniques de pressage sont plus écologiques mais les rendements d'extraction sont inférieurs à ceux obtenus par solvants organiques. L'usage des solvants organiques nécessitent des étapes de séparation (pas totalement efficaces) solvant/extrait/résidus conduisant à des surcoûts de production. Dans un contexte réglementaire écologique évolutif incitant à la mise en place de procédés propres et innovants, les procédés mettant en jeu le CO<sub>2</sub> supercritique (CO<sub>2</sub>-SC) comme solvant d'extraction font l'objet d'un intérêt grandissant. En effet, les avantages sont nombreux : le CO<sub>2</sub> est un sous-produit de l'industrie, il est recyclé lors du procédé, dans sa phase supercritique, c'est un solvant apolaire à géométrie variable (sélectif selon les conditions de pression et température) et reconnu comme atoxique. Le CO<sub>2</sub> étant gazeux à pression ambiante, l'extrait obtenu ne contient aucune trace de solvant, évitant ainsi des étapes de séparation supplémentaires. Enfin, la technologie supercritique est compacte lui donnant un avantage en termes de coûts de production [1,2].

Envisager une transition efficace et rentable vers cette technologie nécessite d'adopter une perspective nouvelle de la filière d'exploitation des produits naturels. C'est dans ce contexte que nous nous positionnons, avec pour but de développer et poser les bases du dimensionnement et du design innovant autour d'une vision industrielle nouvelle par la structuration d'unités modulables, versatiles et évolutives de la filière d'extraction de produits naturels par CO<sub>2</sub>-SC.

**Descriptif du projet :**

La principale approche adoptée pour simuler les cinétiques d'extraction du CO<sub>2</sub> consiste à utiliser les réseaux de neurones [1]. Toutefois, cet outil très spécifique nécessite une grande quantité de données expérimentales pour être fiable. Une alternative consiste à utiliser la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) comme un outil prédictif, mais actuellement, seuls les rendements d'extraction ou les solubilités des solutés sont prédits en fonction de la variation des conditions opératoires. A notre connaissance, aucune méthodologie "intuitive" n'a été proposée pour simuler la cinétique d'extraction du SC-CO<sub>2</sub> à partir d'une biomasse.

C'est pourquoi, nous proposons une nouvelle méthodologie basée sur l'association des outils de planification expérimentale (méthodologie des surfaces de réponse) aux modèles de Sovova's (broken-and-intact cells mode). Ce modèle a été sélectionné car il s'agit d'un modèle très fiable qui permet de bien décrire la cinétique d'extraction SC-CO<sub>2</sub> quelle que soit la biomasse. Plus précisément, la méthodologie consiste à considérer la cinétique d'extraction dans différentes conditions expérimentales, à modéliser les paramètres des courbes d'extraction à l'aide du modèle du Sovova afin de pouvoir prédire leurs valeurs quelles que soient les conditions. La cinétique d'extraction simulée peut alors être tracée en utilisant les paramètres prédits (Figure 1).

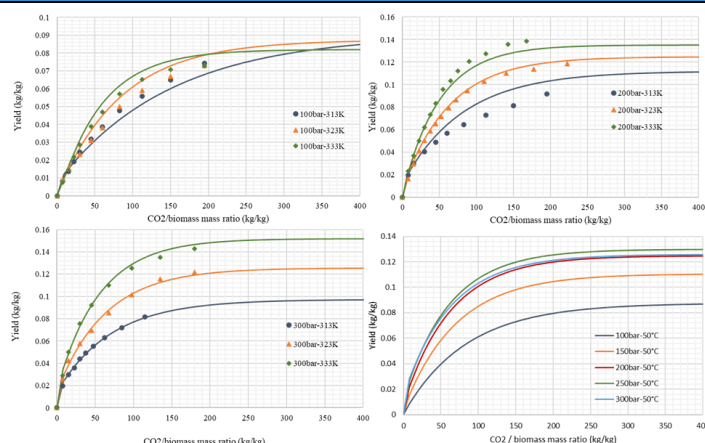


Figure 1 : Cinétiques d'extraction expérimentales et prédites pour l'espèce *Nannochloropsis maritima*

La preuve de concept a été établie sur des amandes d'argan ou des algues en considérant différents plans expérimentaux et les résultats sont prometteurs : les écarts relatifs moyens absolus se sont avérés très bons (entre 2,28 et 9,17 %) entre les courbes expérimentales et les courbes prédites.

Le sujet de thèse porte sur la généralisation de ces modèles à tous types d'extraits et la modélisation des cinétiques d'extraction en utilisant également les réseaux de neurones.

### Références Bibliographiques

- [1] López-Padilla A, Ruiz-Rodríguez A, Reglero G, Fornari T, (2017) Supercritical carbon dioxide extraction of *Calendula officinalis* : Kinetic modeling and scaling up study, *The Journal of Supercritical Fluids*. **130**, 292–300.
- [2] Taher H, Al-Zuhair S, Al-Marzouqi A.H, Haik Y, Farid M, Tariq S, (2014) Supercritical carbon dioxide extraction of microalgae lipid: Process optimization and laboratory scale-up, *The Journal of Supercritical Fluids*. **86** 57–66.
- [3] D.G. Citadin, C.A. Claumann, A. Wüst Zibetti, A. Marangoni, A. Bolzan, R.A.F. Machado, S, J. Supercrit. Fluids **112** (2016) 81–88.
- [4] A. Mouahid, I. Bombarda, M. Claeys-Bruno, S. Amat, E. Myotte, J.-P. Nisteron, C. Crampon, E. Badens, J. CO2 Util. **46** (2021) 101458.
- [5] Mouahid A, Claeys-Bruno M, Bombarda I, Amat S, Ciavarella A, Myotte E, Nisteron J-P, Crampon C, Badens E, (2022) Supercritical CO2 extraction of oil from Moroccan unroasted Argan Kernels: Effects of process parameters to produce cosmetic oil, *Journal of CO2 Utilization*, **59**, 101952.