

Application du concept de Raffinage Vegetal aux PAM: exemple du Safran (*Crocus sativus*)

Thierry TALOU
SENSORIC

**Centre de Compétences Technologiques en
Métrologie Sensorielle
Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle
ENSIACET
118 route de Narbonne
31077 TOULOUSE**



Le Raffinage Vegetal

Concept technologique

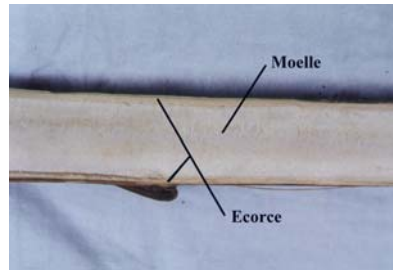
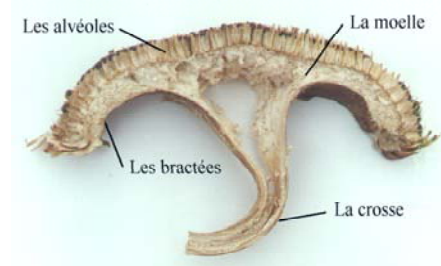
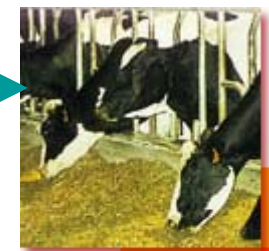
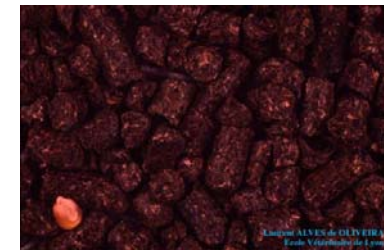
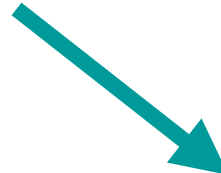
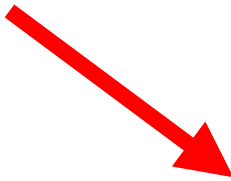
Valorisation des agroressources

Valorisation séquencée des différents constituants de la matière première

Développement durable et agriculture raisonnée

Chimie verte #chimie du carbone renouvelable





1 HECTARE

**500kg
CAPITULE SEC**

2360 kg de TIGES

**95 kg
Pectines**

**ECORCE
2100 kg**

**MOELLE
260 kg**

**1 kg
Huile
essentielle**

**200 kg
Amendement
organique**

**Pâte à papier
1640 kg**

**Agro-matériaux
3 m³**





✿ 1kg



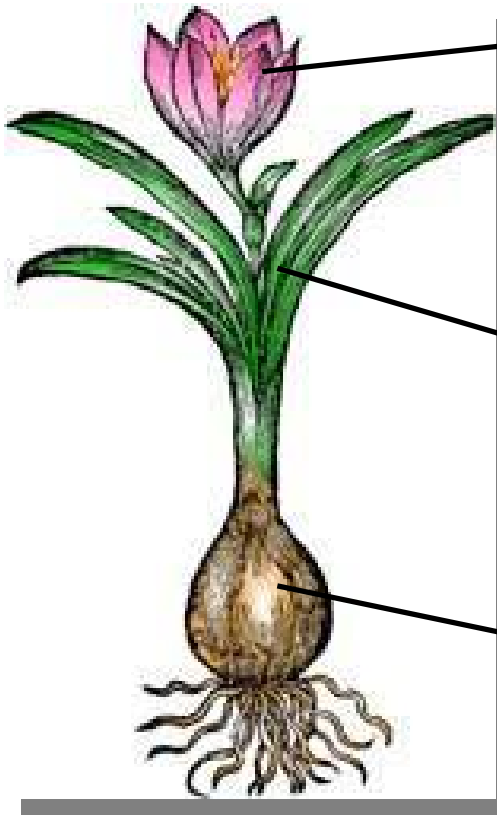
+

✿ 160 000 fleurs : 300kg

✿ Grande quantité de feuilles : 1,5t

► Applications aromatiques et colorantes à partir des différentes parties de la plante





Etude de la qualité



Hydrodistillation

Extraction au solvant

→ produits aromatiques et colorants



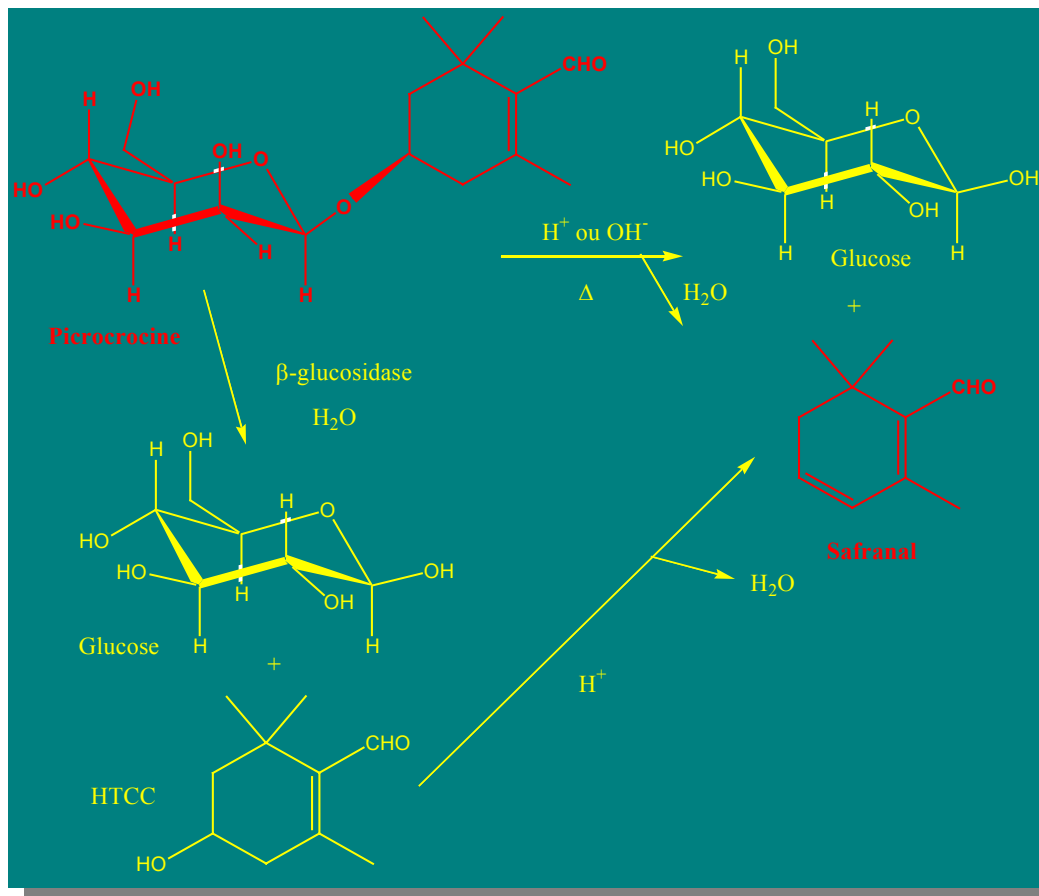
Oxidation de précurseurs aromatiques vs Iris (famille des Iridaceae) : ozone, peroxydes



► **Crocine :**
C₂₀-caroténoïde
couleur rouge

► **Picrocrocine :**
inodore
incolore
saveur amère

► **Safranal :**
arôme caractéristique
développé lors de la torréfaction



Concentration des effluves

- Sur une fibre SPME
Headspace statique



- Sur un piège en Tenax
Headspace dynamique



Analyse

HS/GC/MS «sniffing» (ODP, ODO I, II)



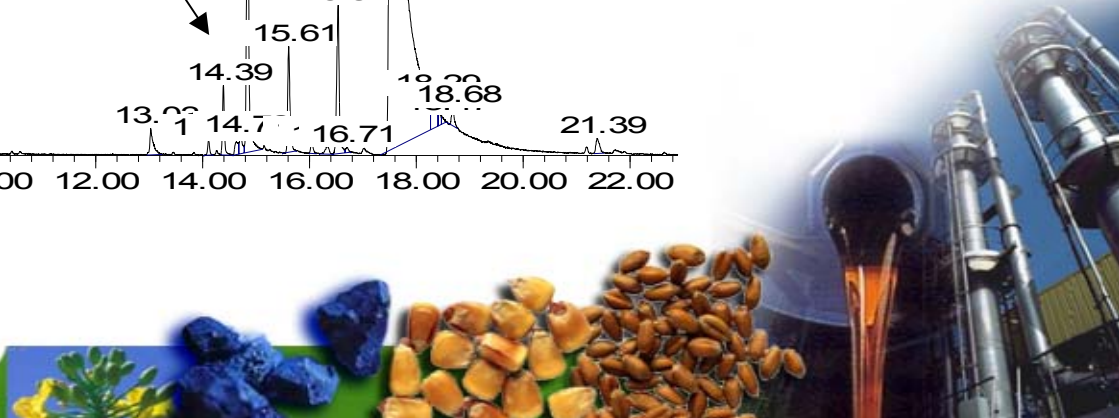
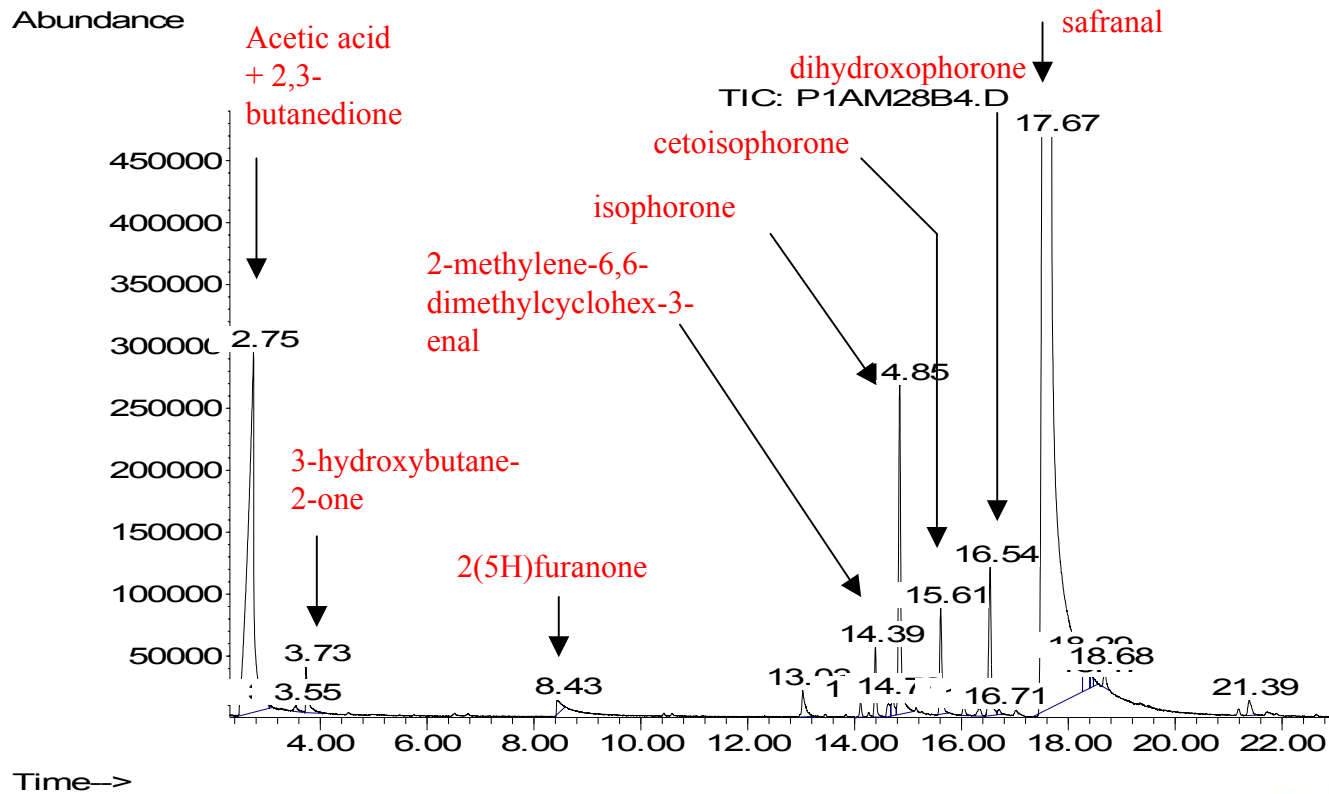
Nez

Bouton
poussoir

Logiciel SNIF



- ➡ 34 composés volatils identifiés dans le safran du Quercy
- ➡ 8 composés principaux



Profils aromatiques : GC/O

Panel (10 personnes) pour 8 échantillons caractéristiques

Aromagramme de l'échantillon 21A

safran sec

Notes :

Floral

Spicy

Fatty

Pungent

Green

Bread

Animal

Fruity

Earthy

Bluegrass

Citrus

Sulfurated

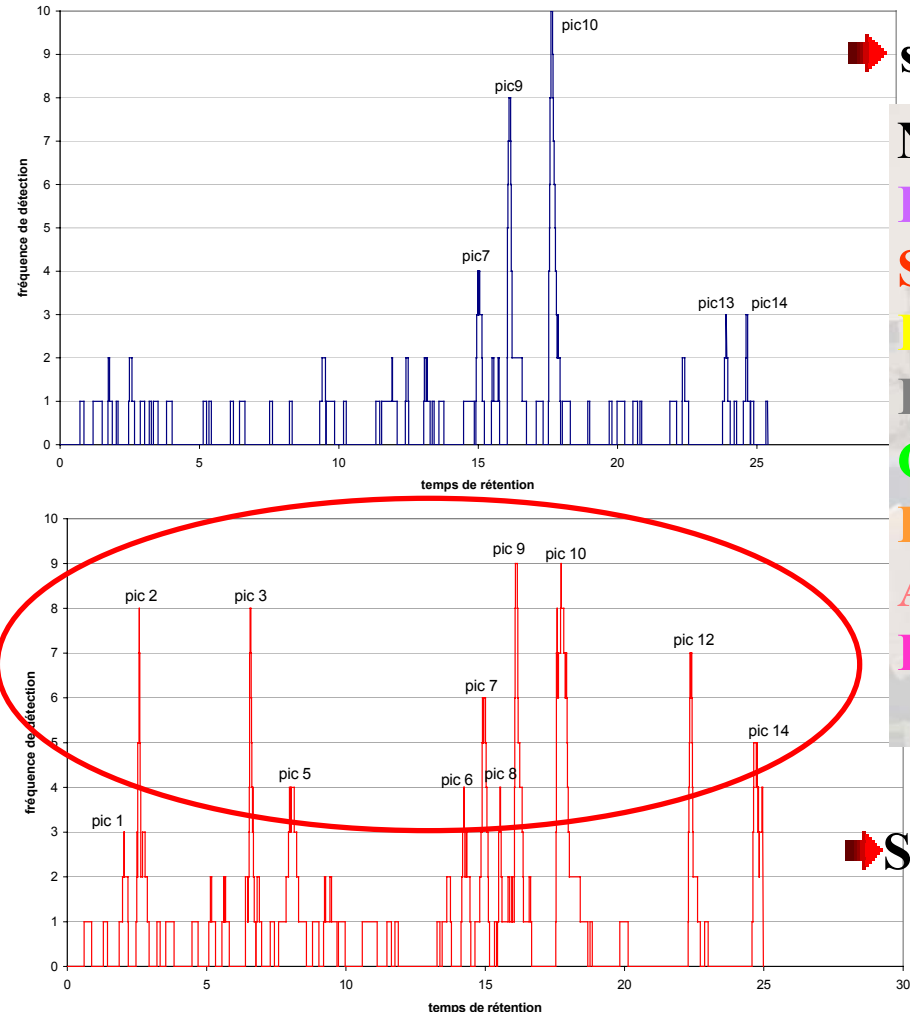
Mild

Woody

Roasted

Indetermined

Safran « humide »

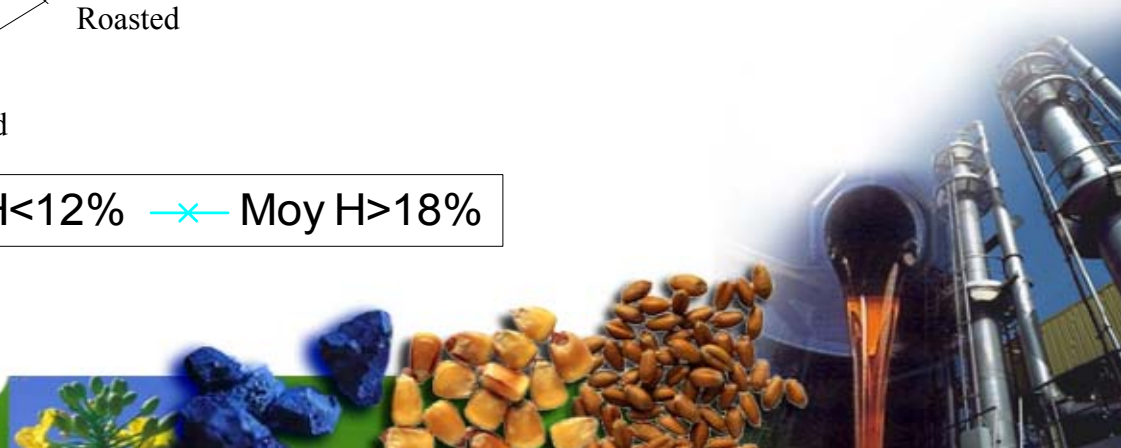
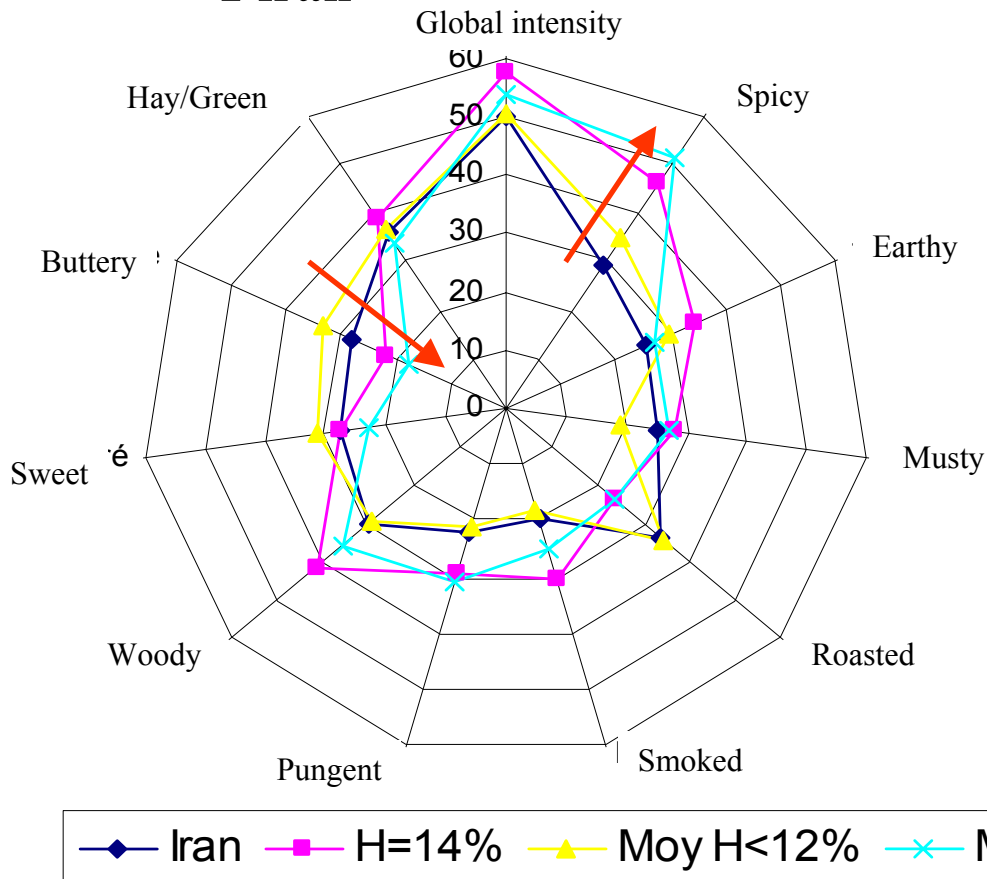


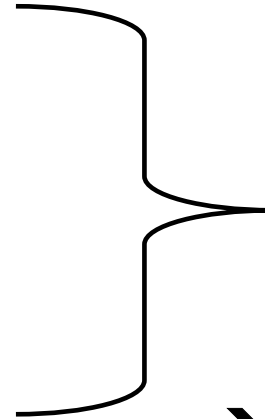
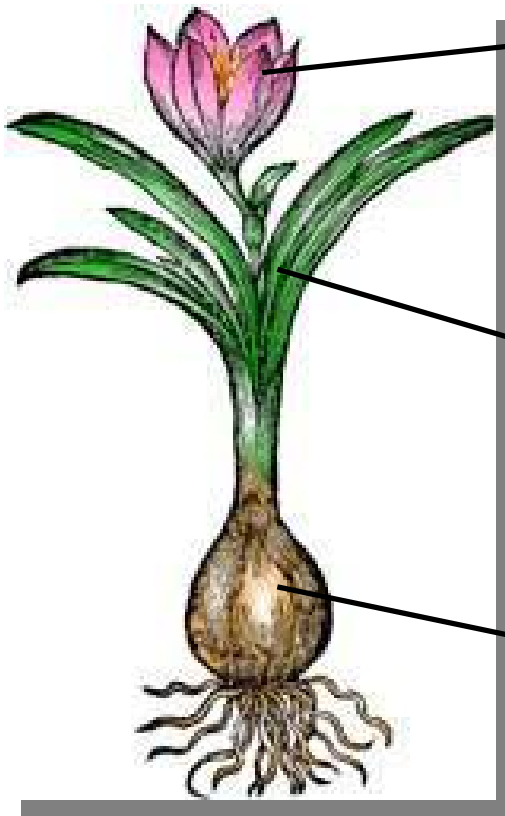
Analyse sensorielle

✿ 12 échantillons :

11 safran du Quercy

1 iran





Hydrodistillation

Lickens Nikerson

Macération (solvant)

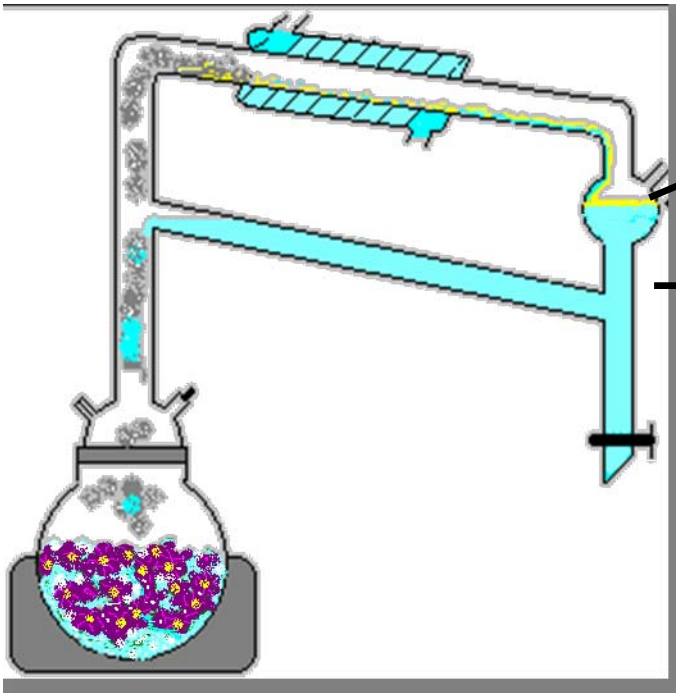
Soxhlet

→ Composés aromatiques et colorants

Oxidation de précurseurs aromatiques vs Iris (famille des Iridaceae) : ozone, peroxydes



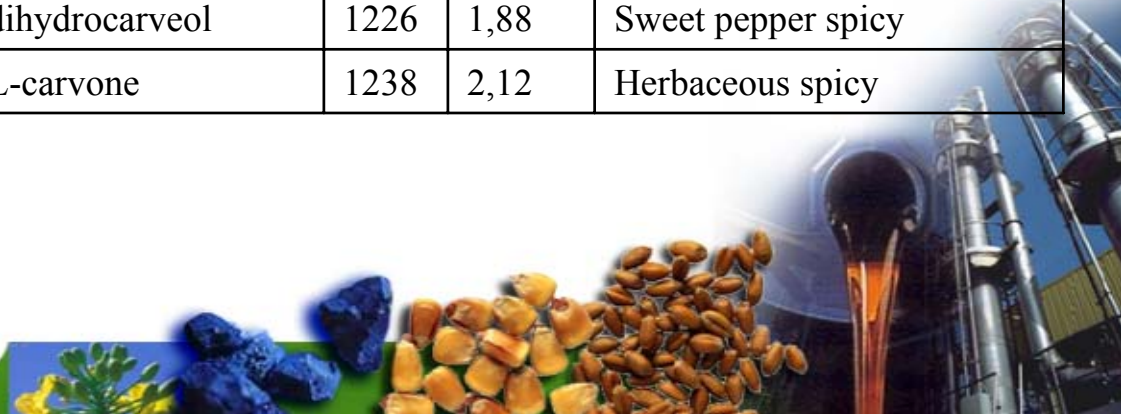
Composés aromatiques : Hydrodistillation des fleurs



Huile essentielle

Eaux aromatiques

Compounds	IR	%area	odours
unidentified	779	2,08	
2-[5H]furanone	1036	15,07	
2-ethyl-1-hexanol	1049	55,75	Mild sweet florale rose
benzeneacétaldehyde	1053	2,33	Powerful green pungent
phenylethylalcohol	1113	1,94	Mild rose honey
Safranal	1189	1,58	spicy
dihydrocarveol	1226	1,88	Sweet pepper spicy
L-carvone	1238	2,12	Herbaceous spicy



Composés aromatiques et colorants: Macération au solvant des fleurs

✿ Extraction :

Diethylether → 0.19%-0.29%

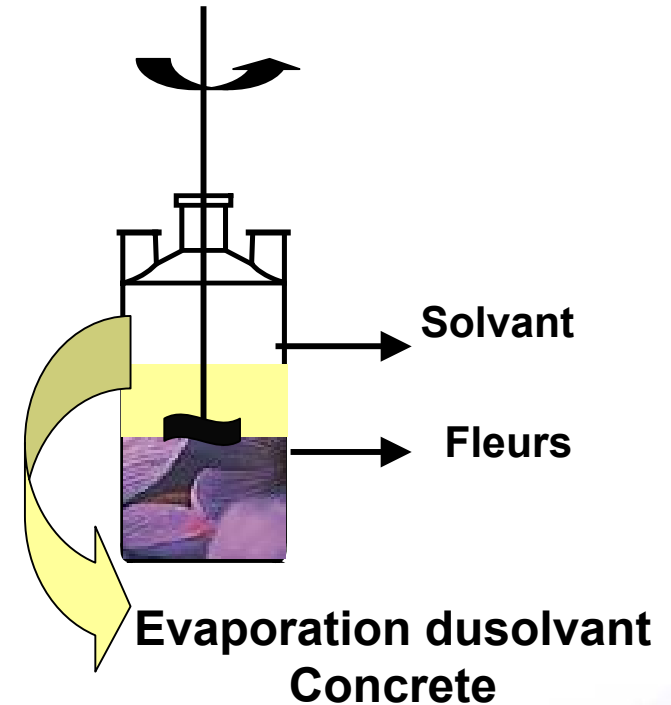
Hexane → 0.17%-0.21%)

15min, 30min, 60min

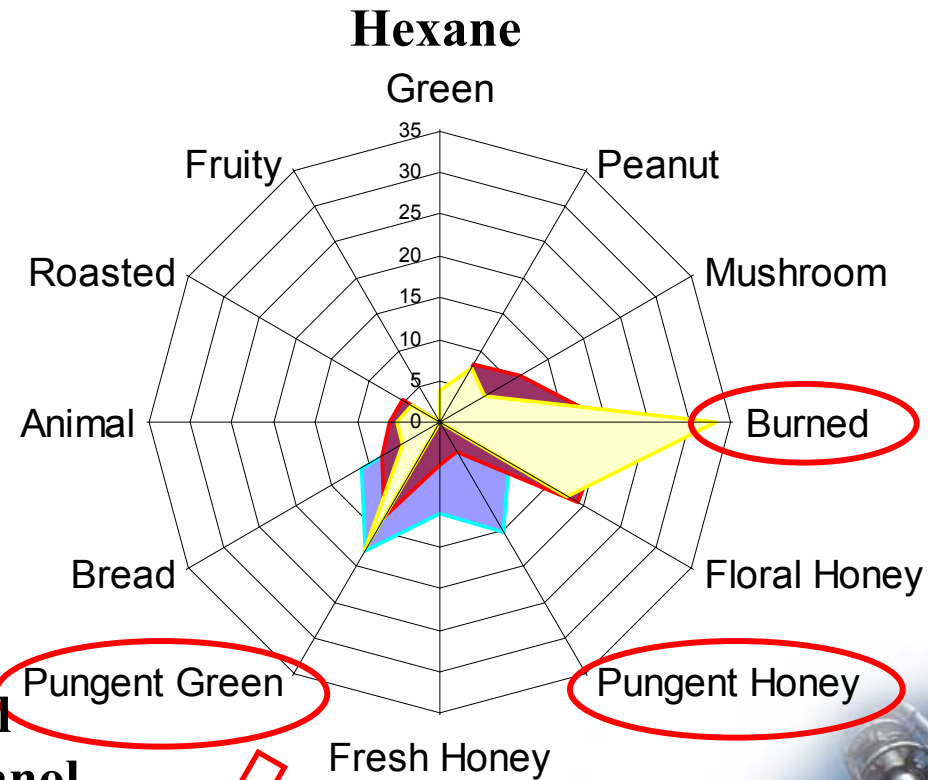
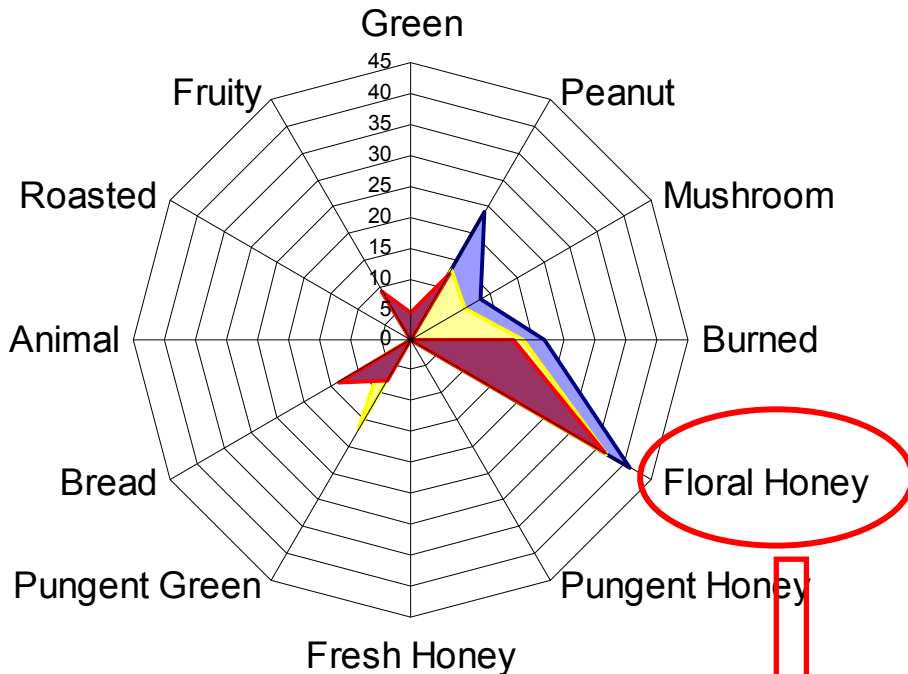


Absolute

Elimination des cires par ethanol



Composés aromatiques



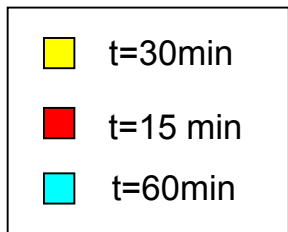
Diethylether

Phenylethylalcohol

4hydroxybenzeneethanol

Undecane

2 phenylethylester formic acid



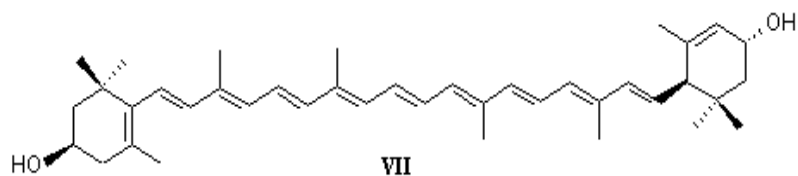
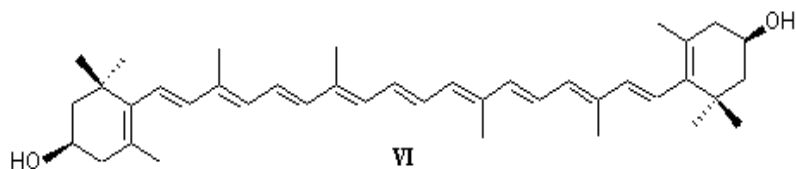
Colorants

✿ extraction lipophile (cyclohexane) → couleurs jaune- rouge

✿ analyse par HPLC/UV/MS $\lambda=450\text{nm}$

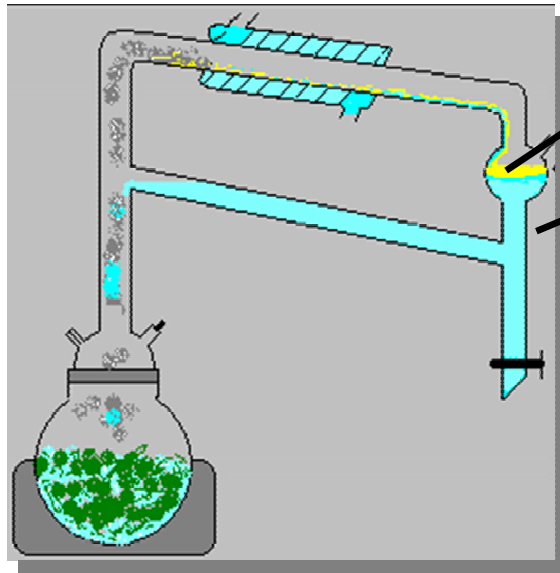
✿ carotenoides : $M= 568$, $C_{40}H_{56}O_2$

→ Lutein ou zeaxanthin estérifiés



Composés aromatiques

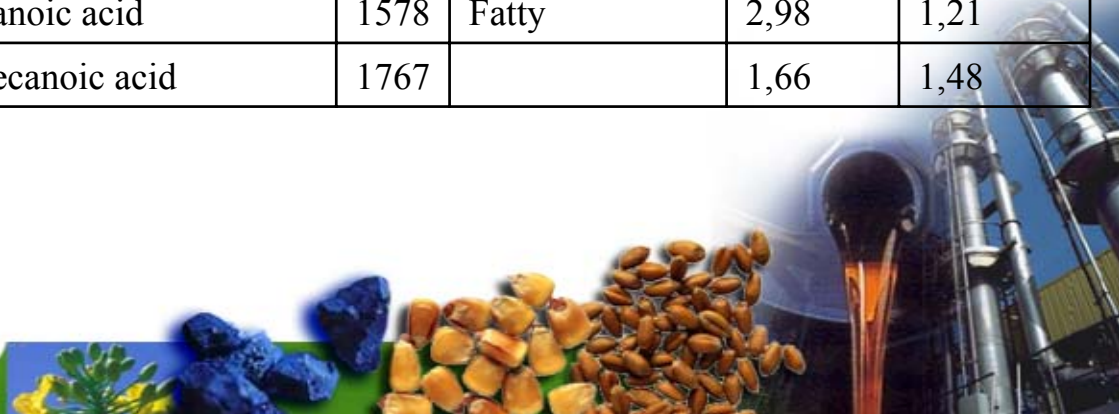
Hydrodistillation des feuilles



Huile essentielle

Eaux aromatiques

Compounds	IR	odours	%area 8h	%area 16h
furfural	827	Spicy, groove		1,03
2-hexenal	848	Powerful, green	3,93	
2-[5H]-furanone	916		6,58	5,81
unidentified	1346		1,32	
2,2,6,7-tetramethylbicyclo- [4,3,0]nona-4,9-[1]dien-8-ol	1381		1,15	
Dodecanoic acid	1578	Fatty	2,98	1,21
Tetradecanoic acid	1767		1,66	1,48



Composés aromatiques et colorants

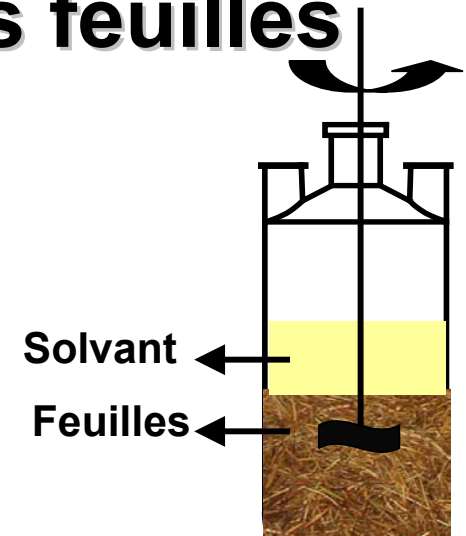
Macération au solvant des feuilles

✿ Extraction :

Diethylether → (0.34%-0.68%)

Hexane → (0.20%-0.34%)

3, 5, 7 jours



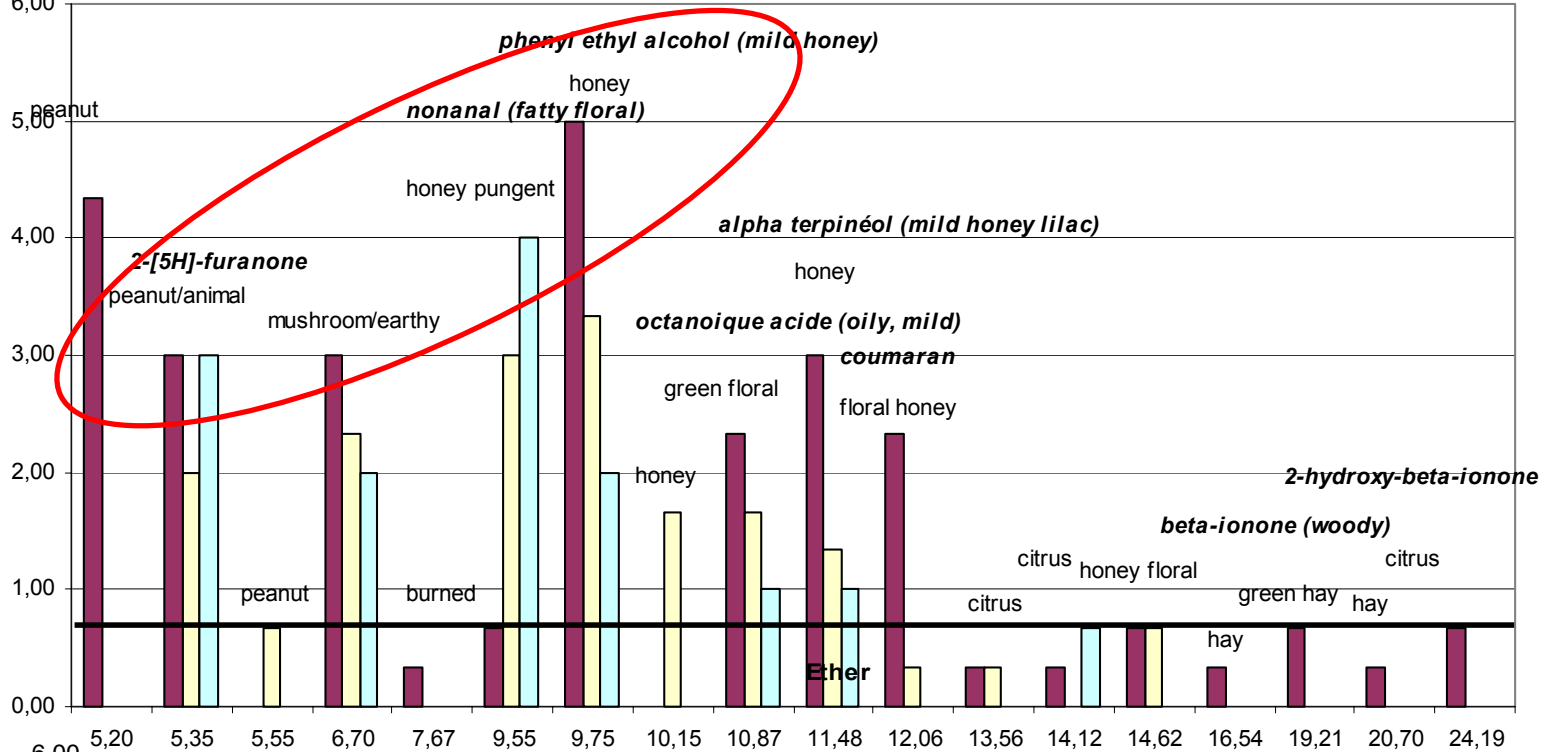
Evaporation du solvant
Concrete

echantillons

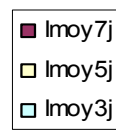
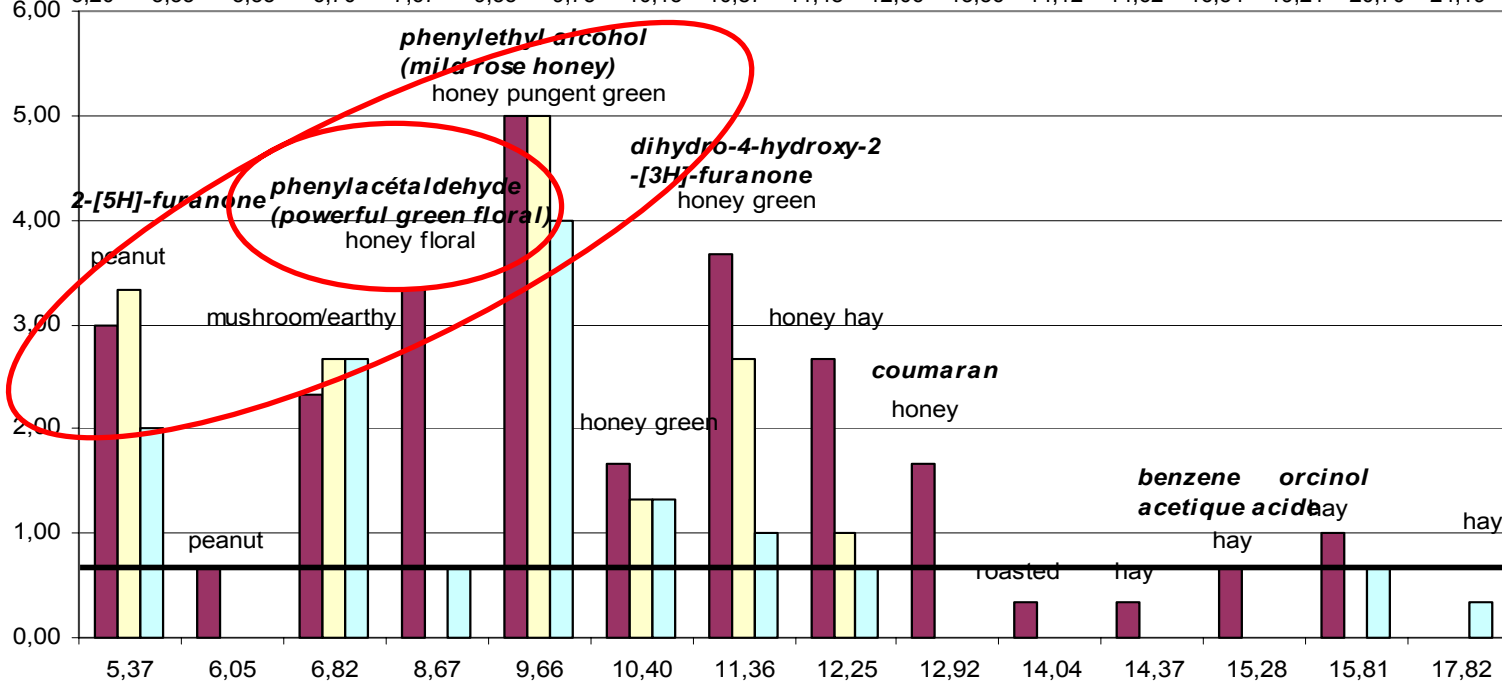
dichloromethane



hexane



ether

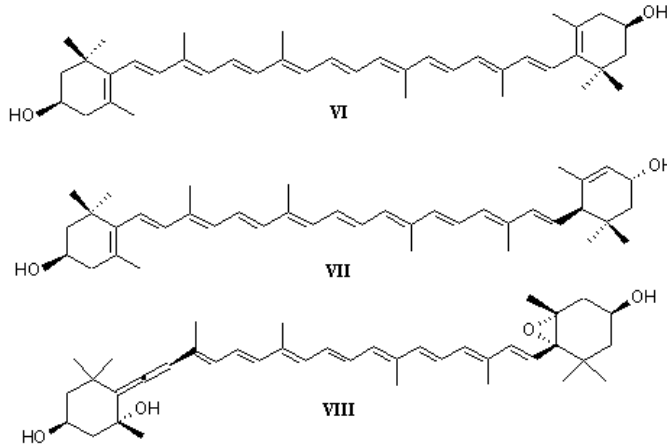


Colorants

Macération au solvant des feuilles

- ✿ extraction lipophile (cyclohexane) → couleurs jaune-verte
- ✿ analyse par HPLC/UV/MS $\lambda=450\text{nm}$
- ✿ caroténoïdes : M= 568, $\text{C}_{40}\text{H}_{56}\text{O}_2$ et M=600, $\text{C}_{40}\text{H}_{56}\text{O}_4$ + chlorophyll

→ Lutein, zeaxanthin and neoxanthin



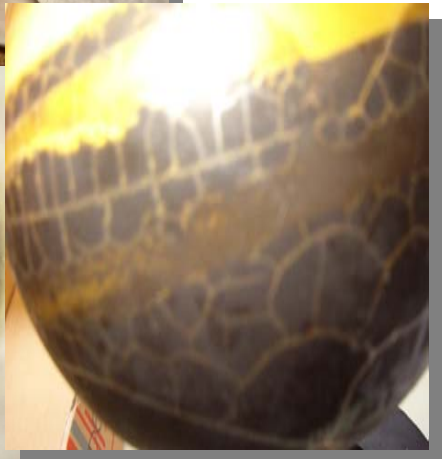
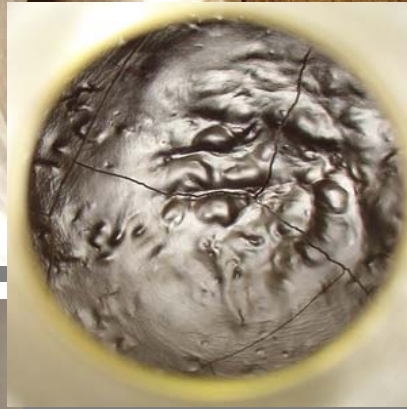
Valorisation : essais pilote (300L) Fleurs & Feuilles



Valorisation : essais pilote



Feuilles



ne

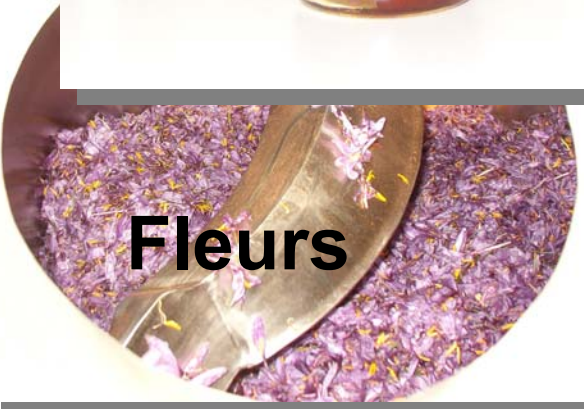


ane



Feuilles

Feuilles
extraites



Fleurs

Fleurs



Conclusions

Caracterisation des stigmas
Impact de l'humidité sur l'arôme



Evaluation des potenteils aromatiques et colorants

→ obtention d'extraits aromatiques et colorants à l'échelle pilote

Travaux en cours



Merçi pour votre attention

