

## De la branche à la molécule : une nouvelle source de bois de nœuds valorisable pour le marché de la cosmétique ?

Gérardin Pauline<sup>1</sup>, Vinchelin Pierre<sup>1</sup>, Coralie Audoin<sup>3</sup>, Dumarçay Stéphane<sup>1</sup>, Fleur Longuetaud<sup>2</sup>, Frédéric Mothe<sup>2</sup>, Colin Francis<sup>2</sup>, Gérardin Philippe<sup>1</sup>, Gérardin-Charbonnier Christine<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Lorraine, INRAE, LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies, Boulevard des Aiguillettes, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France

<sup>2</sup> INRAE, AgroParisTech, Université de Lorraine, SILVA, Route d'Amance, 54280, Champenoux, France

<sup>3</sup> Laboratoires CLARINS, 5 rue Ampère, 95300 Pontois

[pauline.gerardin@univ-lorraine.fr](mailto:pauline.gerardin@univ-lorraine.fr)

**Mots clefs :** bois ; branches ; connexe ; extrait ; nœud ; cosmétique ; valorisation

### Introduction

Cette étude se situe dans le cadre du projet ExtraFor\_Est et du projet ResiNoeud et permet de faire la jonction entre la ressource bois et l'application cosmétique.

Le projet ExtraFor\_Est a pour but d'évaluer la quantité et la qualité des composés chimiques présents dans 5 essences d'intérêt économique du Grand Est et de Bourgogne Franche Comté dont l'épicéa, le sapin et le Douglas, tandis que le projet ResiNoeud, a pour objectif de créer de nouvelles applications à forte valeur ajoutée basée sur la valorisation de co-produits de l'industrie du bois, et plus particulièrement des nœuds, pour la production d'ingrédients et de cosmétiques naturels anti-âge intégrant une activité antipollution dans un contexte de développement durable et de l'économie circulaire.

En effet, les consommateurs sont aujourd'hui de plus en plus désireux d'utiliser des produits plus naturels. Les extractibles du bois sont des molécules de faible masse moléculaire présentant une grande diversité de structures chimiques et de propriétés biologiques pouvant donner lieu à différentes possibilités de valorisation dans les domaines pharmaceutiques, nutraceutique ou encore cosmétique, notamment grâce à leurs propriétés antioxydantes ou antibactériennes (Willför *et coll.* 2003 ; Bukke *et coll.* 2015).

Le vieillissement de la peau (derme et épiderme) serait dû au stress oxydatif, qui implique des molécules réactives liées à l'oxygène (Reactive Oxygen Species - ROS) et qui endommagent l'ADN ou encore les composants des membranes cellulaires. Ce ne sont cependant pas des composés nocifs, puisque nous en avons besoin lors de la communication cellulaire. Le problème principal est que ces ROS sont produits en excès lors d'un stress oxydatif et notre système n'arrive alors plus à maintenir l'équilibre. Les antioxydants exogènes sont donc précieux pour nous aider à lutter contre les radicaux libres. Ils ont pour rôle d'inhiber l'oxydation et d'éliminer les radicaux libres en excès. Les antioxydants en cosmétiques peuvent aussi être utilisés pour protéger la formule du produit et ainsi éviter son oxydation. De plus, l'activité antibactérienne pourrait également être bénéfique en termes de

conservation d'un produit cosmétique (Lee *et coll.* 2018). Actuellement, la plupart des cosmétiques contiennent des conservateurs d'origine synthétique. Il y a une forte demande pour les conservateurs naturels, en raison des effets secondaires des parabènes récemment rapportés (Nowak *et coll.* 2018).

Les nœuds sont connus pour renfermer des quantités importantes de composés extractibles pouvant donner lieu à des valorisations dans les domaines précédents (Holmbom *et coll.* 2003, Kebbi Benkedder *et coll.* 2015, Brennan *et coll.* 2020). Le bois de nœud est également généralement plus dense. Le nœud est défini comme la partie de la branche progressivement incorporée dans le tronc. Il se forme par le prolongement des cernes du tronc dans les cernes de la branche. Jusqu'à présent, la majeure partie des travaux sur les extractibles de nœuds ont porté sur nœuds prélevés dans le tronc correspondant à ce qui est généralement rencontré dans les connexes de l'industrie du bois.

Cependant, le prolongement du nœud dans les premiers centimètres de la branche pourrait constituer une source supplémentaire de matière première pour l'obtention molécules d'intérêt. Il a été observé que la masse volumique du bois des branches est bien plus élevée dans à proximité du tronc et qu'elle diminue au fur et à mesure que l'on s'éloigne du tronc (Billard *et coll.* 2019). C'est pourquoi, il a semblé intéressant d'étudier la variation des taux d'extractibles et des composés structuraux le long de la branche afin de mieux comprendre cette variation de densité et de proposer, le cas échéant, des voies de valorisations des branches.

## Matériel et Méthodes

### Matériel biologique

Les matériaux biologiques utilisés dans cette étude sont les branches et les nœuds provenant du sapin (*Abies alba*), de l'épicéa (*Picea abies*), du douglas (*Pseudotsuga menziesii*) récoltés dans la région Grand Est. Les branches ont été choisies à 1,3 mètre de hauteur de chaque arbre. Ces branches ont été séchées et coupées en rondelles à différentes distances en partant du tronc (fig. 1).

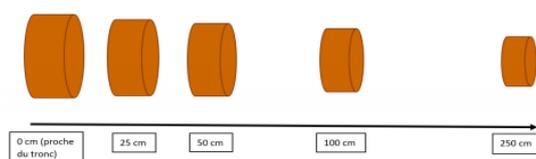


Fig. 1 : Représentation schématique des distances de prélèvement des rondelles de branche.

À chaque distance (0, 25, 50, 100 et 250 cm), quatre rondelles d'un centimètre d'épaisseur ont été découpées et deux d'entre-elles utilisées pour les analyses chimiques. L'écorce est enlevée manuellement à l'aide d'un ciseau à bois, et chaque rondelle est broyée dans son intégralité après avoir été séchée à l'air à l'aide d'un broyeur à anneaux. Parallèlement, des nœuds prélevés dans les mêmes essences au niveau du tronc ont été broyés de la même manière.

### Extraction

Pour les branches, la sciure est soumise à percolation Soxhlet pendant 6h afin d'extraire les molécules d'intérêt. Pour cela, la sciure est placée dans une cartouche en cellulose, elle-même placée dans l'extracteur Soxhlet. Le ballon contenant le solvant est chauffé à l'aide d'un chauffe-ballon et l'extracteur Soxhlet est muni d'un condenseur relié à un circuit d'eau froide.

L'extraction est réalisée en deux étapes : tout d'abord, en utilisant comme solvant un mélange toluène-éthanol (2 : 1 ; v/v) pendant 7h puis en utilisant seulement l'éthanol pendant 16h.

Le solvant est éliminé à l'aide d'un évaporateur rotatif permettant d'obtenir un extrait sec. L'extrait sec obtenu est pesé et le taux d'extractible est calculé de la manière suivante :

$$\text{taux d'extractibles}(\%) = \frac{\text{masse d'extractibles obtenue (g)}}{\text{masse de sciure sèche dans la cartouche (g)}} * 100$$

Pour les nœuds, la sciure est soumise également à percolation Soxhlet pendant 6h mais seulement dans l'éthanol.

#### Analyses des extraits

L'analyse a été réalisée par chromatographie liquide haute performance (chaîne Nexera Shimadzu) couplée à un spectromètre de masse triple quadripôles (LCMS-8030) et un détecteur UV-visible à barrettes de diodes. L'analyse est réalisée en phase inverse pendant 20 minutes. L'éluant pour la chromatographie est composé d'un mélange de deux solvants : de l'eau ultra-pure acidifiée à 0,1% avec de l'acide formique et de l'acétonitrile également acidifié à 0,1% avec de l'acide formique.

### Premiers résultats

#### Taux d'extractibles

Quelque soit l'essence : le taux d'extractibles est plus élevé dans les nœuds témoins issus du tronc, puis au début de la branche et diminue vers l'extrémité de la branche (fig. 2).

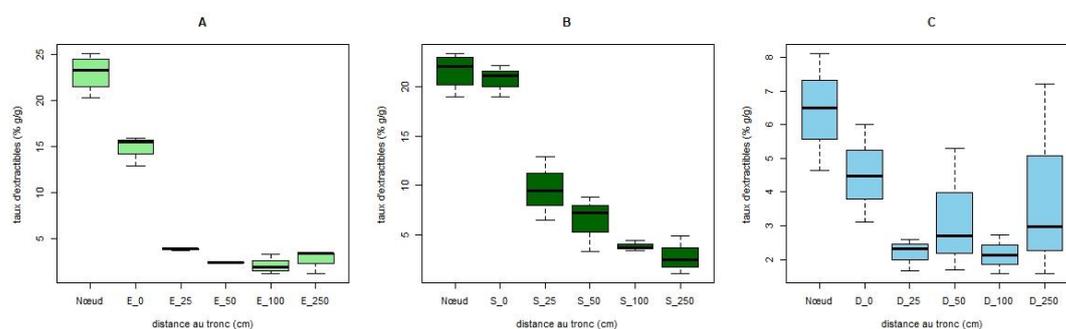


Fig. 2 : Taux d'extractibles dans les nœuds et le long d'une branche chez trois espèces de résineux (A. *P. abies* ; B. *A. alba* ; C. *P. menziesii*). Le graphique met en évidence les taux d'extrait sous forme de boxplot, avec la moyenne représentée par un trait noir.

Le taux d'extractibles de 23,01% dans les nœuds passe à 14,46% en début de branche puis à 2,34% à l'extrémité chez l'épicéa. Chez le sapin, ce taux passe de la même manière de 21,55% dans les nœuds à 21,59% en début de branche puis à 1,82%. L'épicéa et le sapin sont les deux résineux dans cette étude qui ont les plus forts taux d'extractibles en début de branche. Le Douglas a un taux moins élevé en extractibles aussi bien dans le nœud (7,35%) que le long de la branche si on le compare aux deux autres essences (maximum 3,8%).

#### Analyses par chromatographie liquide

Chez l'épicéa, les chromatogrammes UV (fig.3) montrent que les composés retrouvés dans la première rondelle à 0 cm sont similaires à ceux retrouvés dans les nœuds tandis qu'ils ne sont pas retrouvés dans la rondelle correspondant à l'extrémité de la branche.

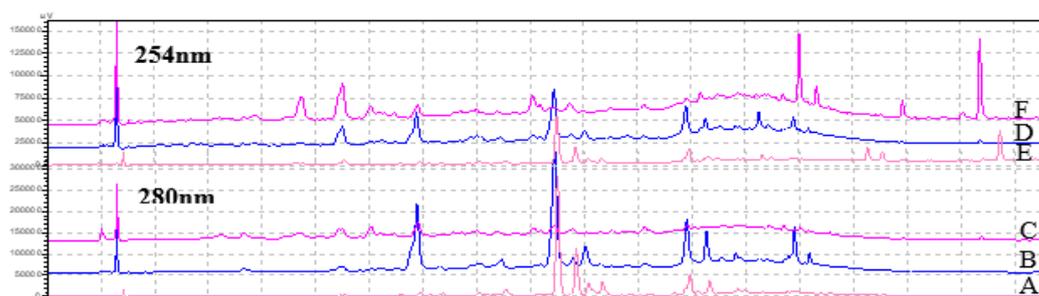


Fig. 3 : chromatogrammes UV à 254nm et 280nm des extraits éthanoliques de nœud et de branche d'épicéa. (A. Nœuds 280nm ; B. 1<sup>re</sup> rondelle 0cm 280nm ; C. Rondelle à 250cm, 280nm ; D. Nœud 254nm ; E. 1<sup>re</sup> rondelle 0cm 254nm ; F. Rondelle à 250cm, 254nm.)

Les mêmes résultats sont observés chez le douglas et le sapin.

### Conclusion et perspectives

Le départ des branches d'épicéa, de sapin et de Douglas constitue une source d'extractibles intéressantes pouvant être mobilisé lors d'opérations d'élagage.

Le fort pourcentage d'extractible pourrait en partie expliquer la densité plus forte du bois de la branche à proximité du tronc du fait du prolongement du nœud pour maintenir la branche. Les nœuds servent de renforcement mécanique à la base des branches, soumises aux conditions climatiques (Kebbi-Benkeder *et coll.* 2015) mais également de protection envers les attaques biologiques (Aufsess *et coll.* 1984) d'où leur forte concentration en extractibles. Les nœuds étant la continuité entre le tronc et la branche, il est normal que le début de branche présente les mêmes caractéristiques que les nœuds. Ainsi, les branches peuvent être valorisées pour alimenter plusieurs marchés.

### Références

- Aufsess (H. von). (1984) Some Examples of Wood Discolourations Related to Mechanisms for Potential Protection of Living Trees Against Fungal Attack. — IAWA Bulletin, 5, pp. 133-138.
- Billard A., Bauer R., Mothe F., Colin F. et Longuetaud F., (2019). Wood Density Variations between Tree Components Should Be Considered to Correctly Estimate Tree Biomass Available for Different Uses. HAL CCSD.
- Brennan M., Hentges D., Cosgun S., Dumarçay S., Colin F., Gérardin C., Gérardin P. (2020), *Holzforschung*. Intraspecific variability of quantity and chemical composition of ethanolic knotwood extracts along the stems of three industrially important softwood species: *Abies alba*, *Picea abies* and *Pseudotsuga menziesii*. <https://doi.org/10.1515/hf-2020-0108>
- Bukke, A.N., Hadi, F.N., Produtur, C.S. (2015). Comparative study of in vitro antibacterial activity of leaves, bark, heart wood and seed extracts of *Caesalpinia sappan* L. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, 5(11), 903-907.
- Holmbom B., Eckerman C., Eklund P., Hemming J., Nisula L., Reunanen M., Sjöholm R, Sundberg A., Sundberg, K. et Willför S., (2003). Knots in trees – A new rich source of lignans. *Phytochemistry Reviews*. Vol. 2, n° 3, pp. 331-340.
- Kebbi-Benkeder Z., Colin F., Dumarçay S., Gérardin P. (2015). Quantification and characterization of knotwood extractives of 12 European softwood and hardwood species. *Annals of Forest Science*, 72(2), 277-284
- Lee, Y. S., Lee, Y. J., & Park, S. N. (2018). Synergistic antimicrobial effect of *Lonicera japonica* and *Magnolia obovata* extracts and potential as a plant-derived natural preservative. *Journal of microbiology and biotechnology*, 28(11), 1814-1822
- Nowak, K., Ratajczak-Wrona, W., Górska, M., & Jabłońska, E. (2018). Parabens and their effects on the endocrine system. *Molecular and cellular endocrinology*, 474, 238-251
- Willför S., Hemming J., Reunanen, M., Eckerman C., et Holmbom, B. (2003). Lignans and lipophilic extractives in Norway spruce knots and stemwood. *Holzforschung*. 2003. Vol. 57, n° 1, pp. 27-36.