



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE



L'avancée de l'analyse des extractibles

Philippe Gérardin

Université de Lorraine – Inrae, LERMAB

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE

AgroParisTech



Crittbois
RESSOURCES & TRANSFERTS TECHNOLOGIQUES

Objectifs



- 5 essences,
- Différentes hauteurs,
- Deux modes de sylviculture,
- 3 compartiments,
- Plusieurs répétitions

- Evaluer les teneurs en extractibles, pour accéder aux volumes
- Caractériser la nature des extractibles
- Avoir une idée de la variabilité intraspécifique

ENORME TRAVAIL D'ANALYSE!

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

Protocole d'extraction



Echantillons



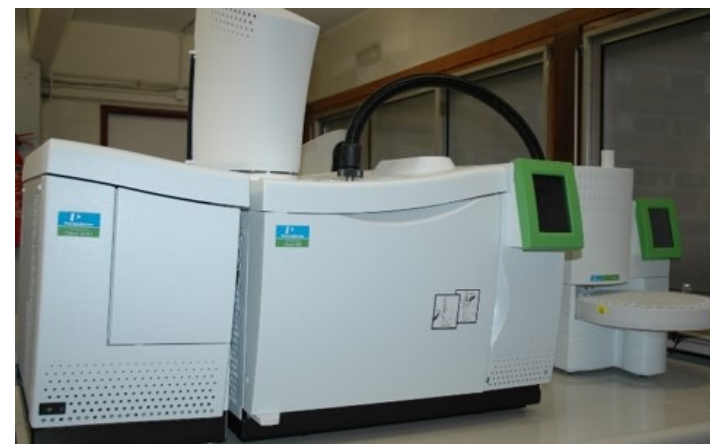
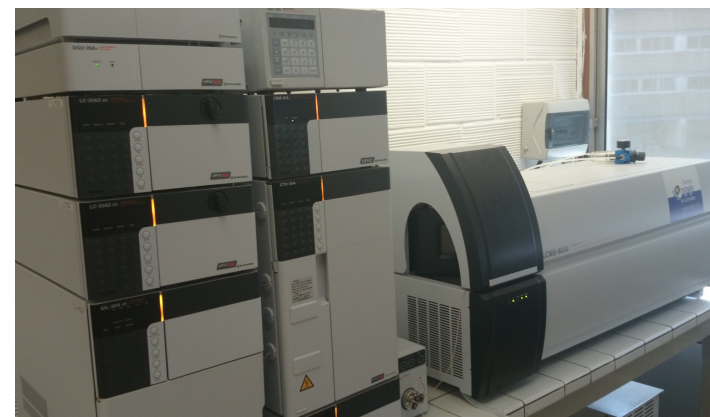
Broyage



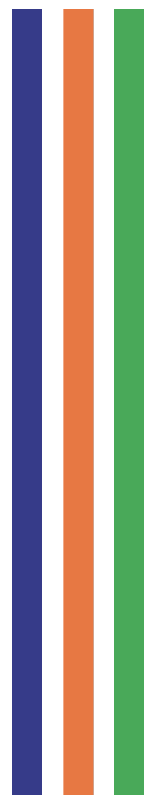
Extraction



Analyse quantitative et qualitative



$$\text{Rdt (\%)} = \text{masse d'extraits secs} / \text{masse d'écorces sèches} \times 100$$

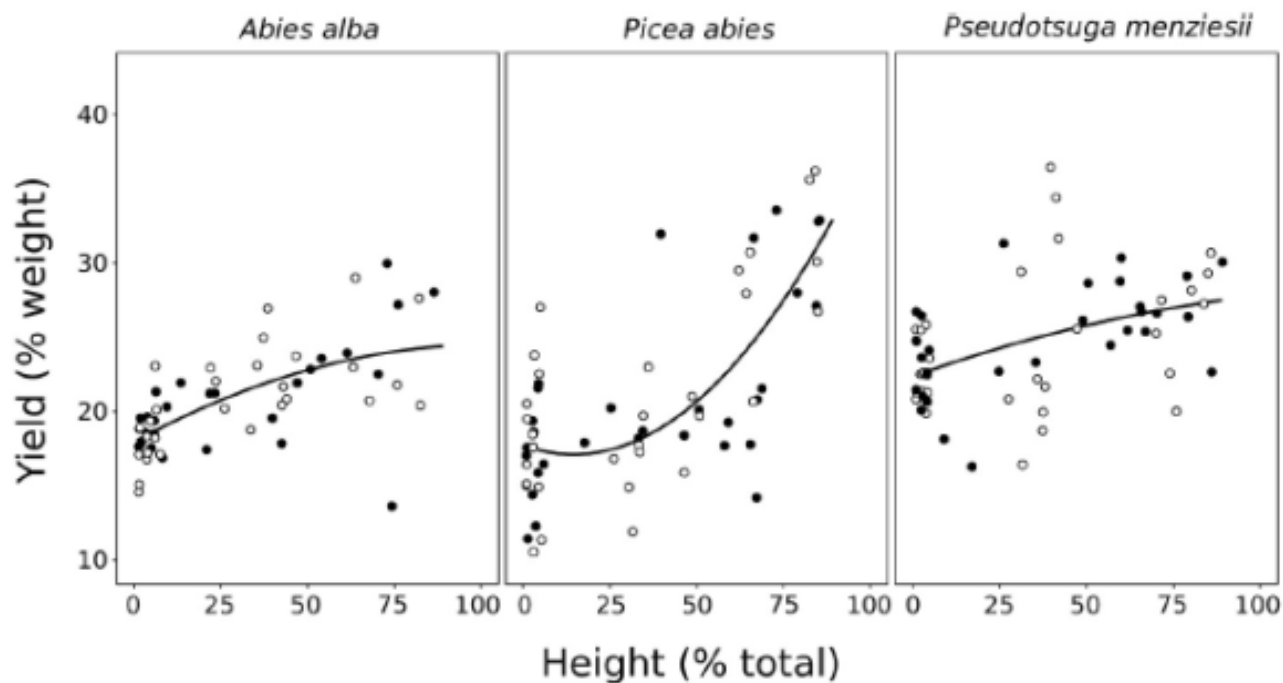


7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

Compartment Ecorces

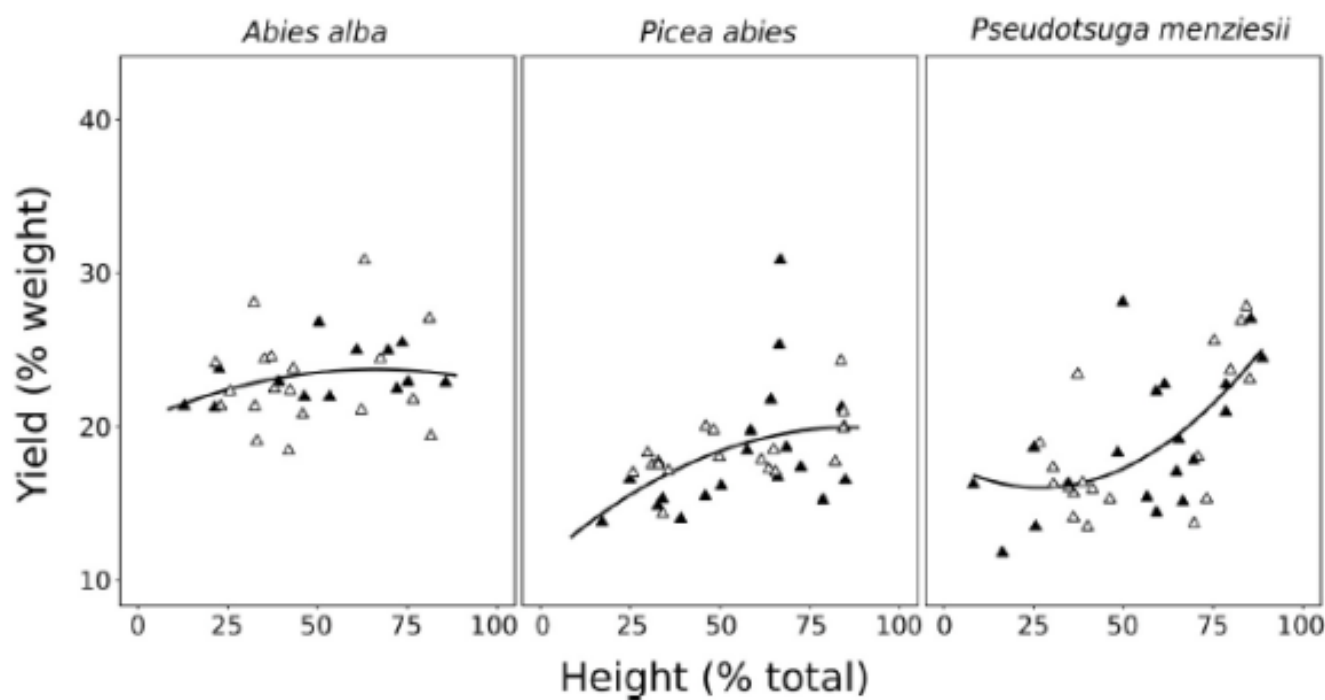


Taux d'extraits des écorces en fonction de la hauteur



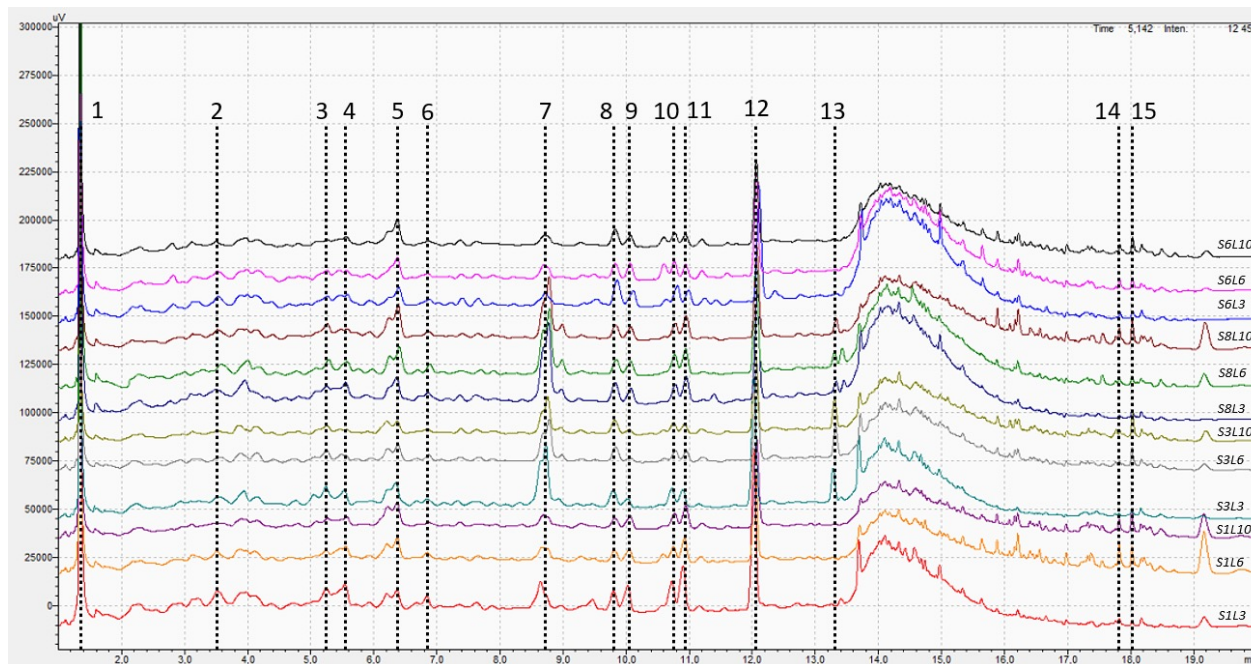
Taux d'extraits des écorces (sans branches) obtenus par extraction avec un mélange eau/éthanol - Cercles noirs sans éclaircies, cercles blancs avec éclaircies

Taux d'extraits des écorces en fonction de la hauteur



Taux d'extraits des écorces (avec branches) obtenus par extraction avec un mélange eau/éthanol - triangles noirs sans éclaircies, triangles blancs avec éclaircies

Analyse UHPLC des extraits eau éthanol d'écorces de sapin

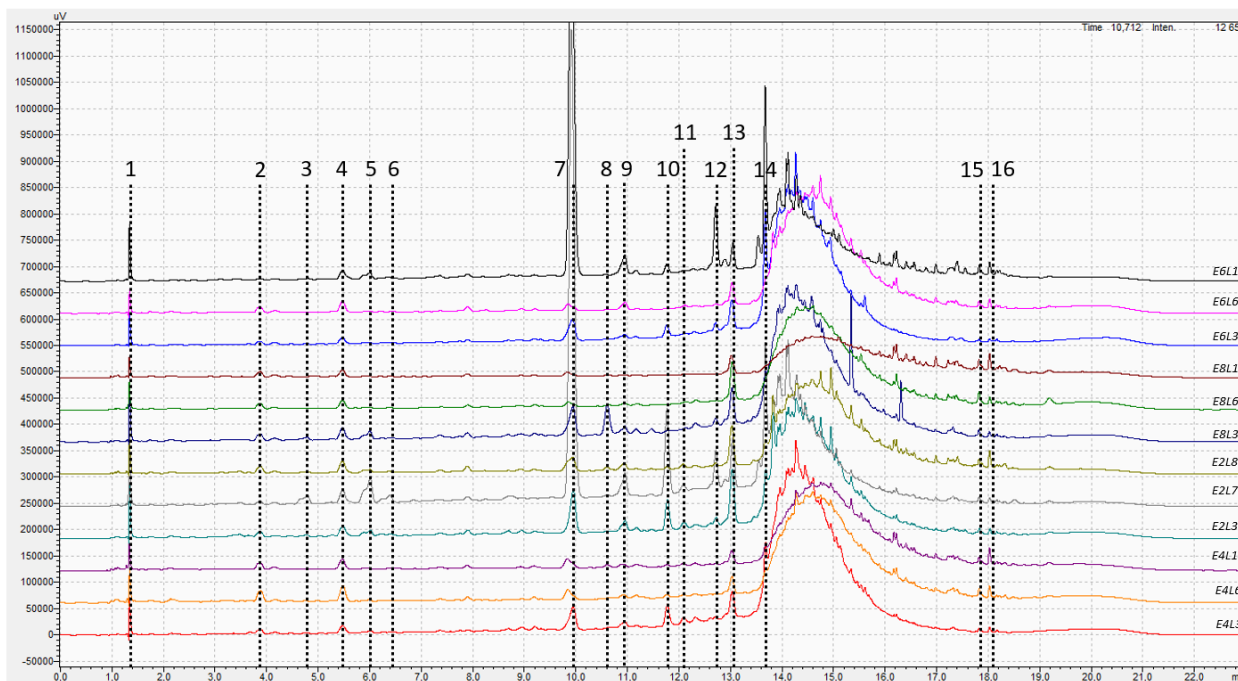


- 1 ND
- 2 Gallocatéchine
- 3 Pinoquercétine
- 4 Epigallocatéchine
- 5 Catéchine
- 6 4'-O-Methylepigallocatéchine
- 7 3-O-Methylquercétine
- 8 ND
- 9 5,6,2'-Triméthoxyflavone
- 10 ND
- 11 ND
- 12 7-(2-Méthyl-3,4- dihydroxytetrahydropyran5-yloxy)-taxirésinol
- 13 Laricirésinol glucoside
- 14 Isorhamnetine-3-O-glucoronique-glucoside
- 15 ND

- Nombreux flavonoïdes sous forme libre ou glycosylée
- Reproductibilité relative entre les différentes analyses, même si les quantités de certains produits peuvent varier avec la hauteur
- Présence de tannins sous forme d'un massif mal résolu, analyses complémentaires par Maldi-Tof

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

Analyse UHPLC des extraits eau éthanol d'écorces d'épicéa




- 1 ND
- 2 Acide protocatéchique
- 3 Acide coumarique
- 4 Aldehyde protocatéchique
- 5 Acide trans-férulique glucoside
- 6 Catéchine
- 7 Astringine
- 8 Bis (3-methoxy-4-hydroxycinnamic acid) ethylene ester
- 9 ND
- 10 Dihydroquercetin-3-O-glycoside
- 11 7-(2-Methyl-3,4- dihydroxytetrahydropyran5-yloxy)-taxirésinol
- 12 Resveratrol glucoside
- 13 ND
- 14 Isorhapontine
- 15 Isorhamnetine-3-O-glucoronique-glucoside
- 16 ND

Mêmes constats pour les écorces d'épicéa

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



Analyse UHPLC des extraits eau éthanol d'écorces de Douglas

 Nous ne pouvons pas afficher l'image.


- 1 Syringaldéhyde
- 2 Acide protocatéchique
- 3 Aldéhyde protocatéchique
- 4 Catéchine
- 5 ND
- 6 Epicatéchine
- 7 Taxifoline hexoside
- 8 Taxifoline
- 9 Isomère de taxifoline/ +additif inconnu
- 10 Eriodictyol
- 11 Lutéoline + Quercétine
- 12 lignane
- 13 ND
- 14 Isorhamnetine-3-O-glucuronide glucoside
- 15 ND

Mêmes constats pour les écorces de Douglas

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



Analyse UHPLC des extraits eau éthanol d'écorces de chêne

 Nous ne pouvons pas afficher l'image.

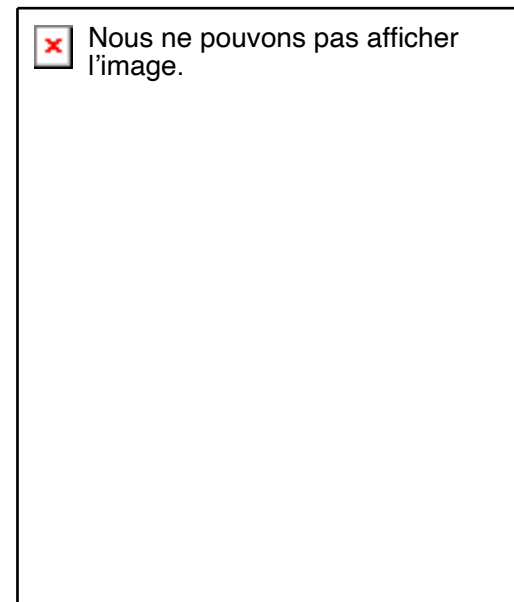
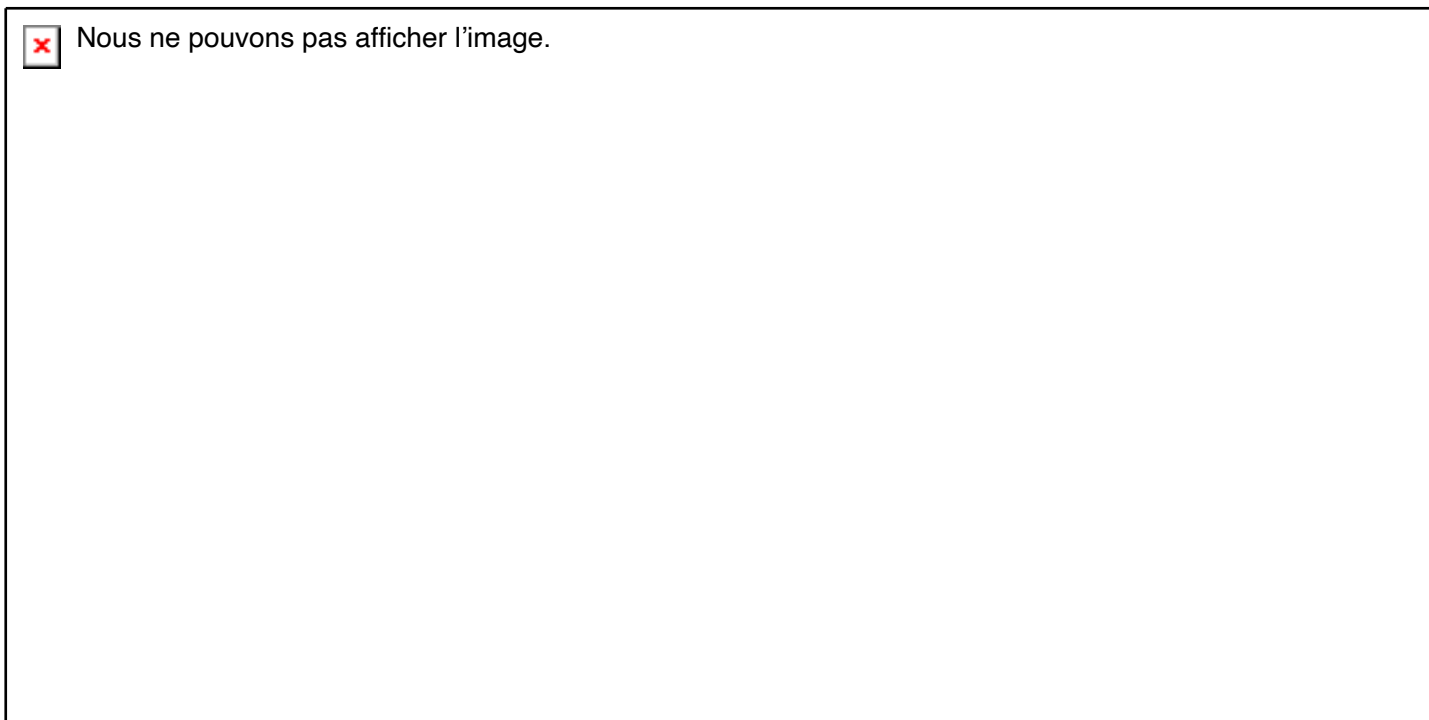
- 1 ND
- 2 Acide gallique
- 3 Acide protocatéchique
- 4 Aldéhyde protocatéchique
- 5 Catéchine
- 6 ND
- 7 ND
- 8 Taxifoline hexoside (isomère 1)
- 9 Taxifoline hexoside (isomère 2)
- 10 Taxifoline hexoside (isomère 3)
- 11 Acide ellagique rhamnoside
- 12 Taxifoline
- 13 Quercétine diméthyle-éther
- 14 Robinétine triméthyle éther

Mêmes constats pour les écorces de chêne

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



Analyse UHPLC des extraits eau éthanol d'écorces de hêtre



Mêmes constats pour les écorces de hêtre

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



Extractions successives des écorces de résineux

Utilisation de solvants de polarité croissante

Limitations à 3 hauteurs pour les 8 arbres

Caractérisations chimiques en cours

Détermination des taux de lignine, cellulose et hémicelluloses en cours

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

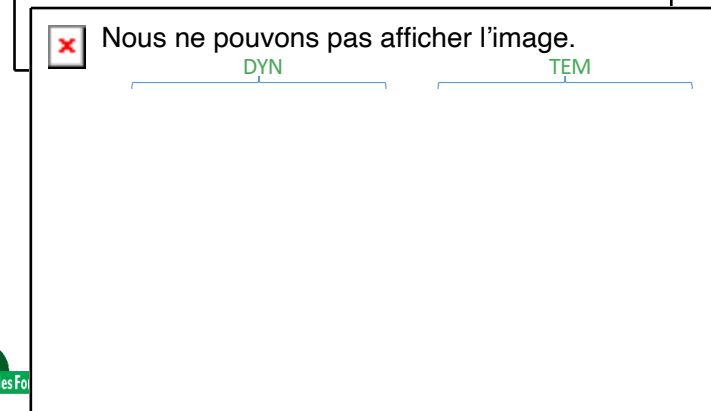
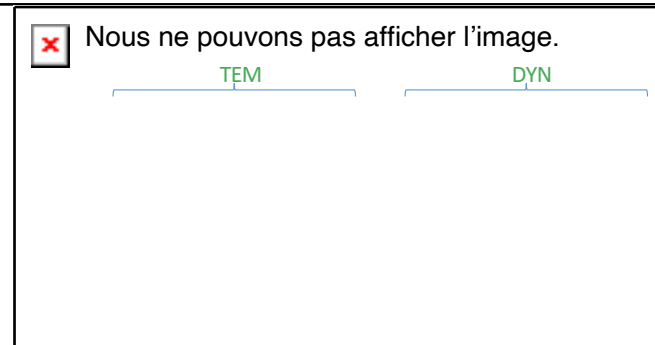
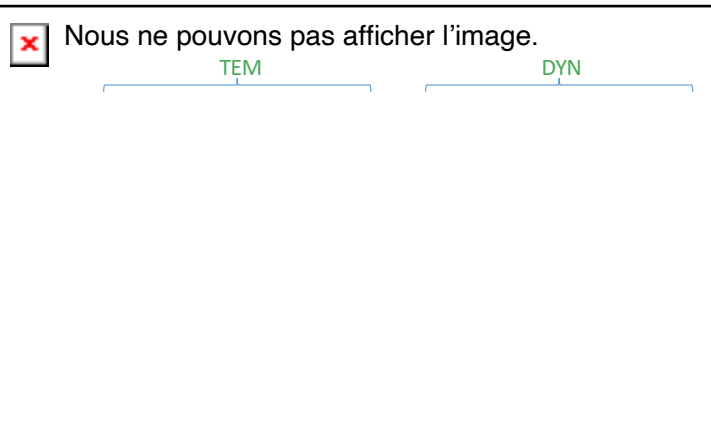


UNIVERSITÉ
DE LORRAINE

AgroParisTech

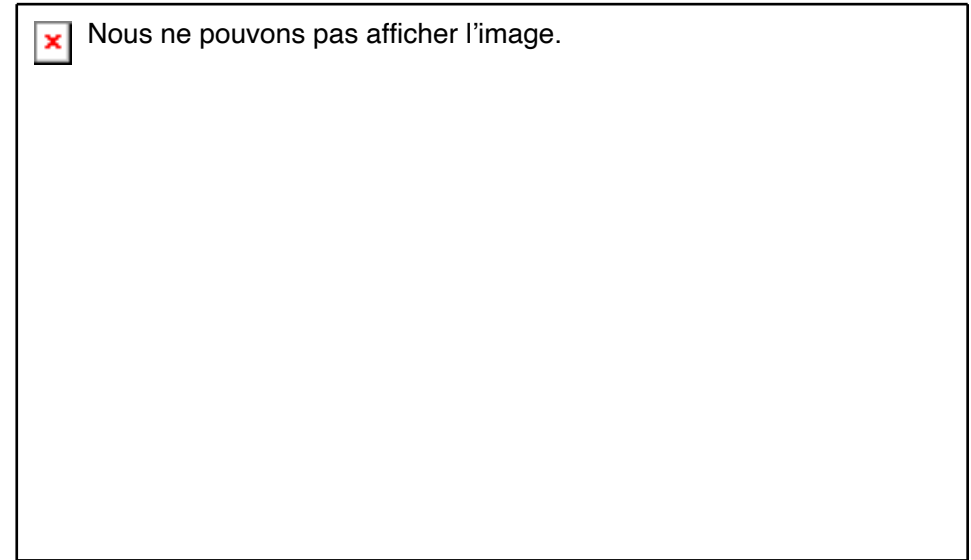
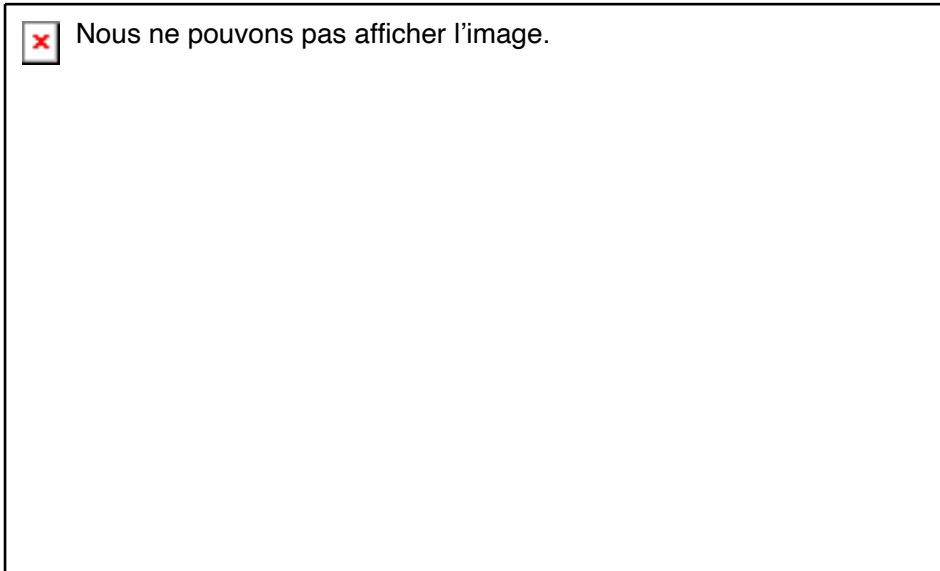


INSTITUT NATIONAL
DE L'INFORMATION
GÉOGRAPHIQUE
ET FORESTIÈRE



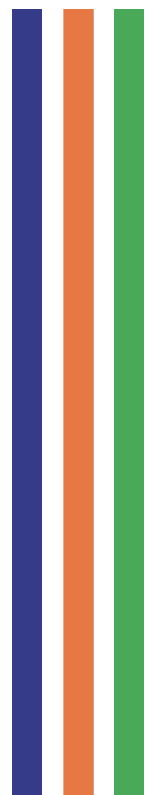


Extractions successives des écorces de feuillus



Caractérisations chimiques en cours

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon




7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

Compartment Nœuds





Evolution du taux d'extrait à l'éthanol des nœuds en fonction de la hauteur et du mode de sylviculture

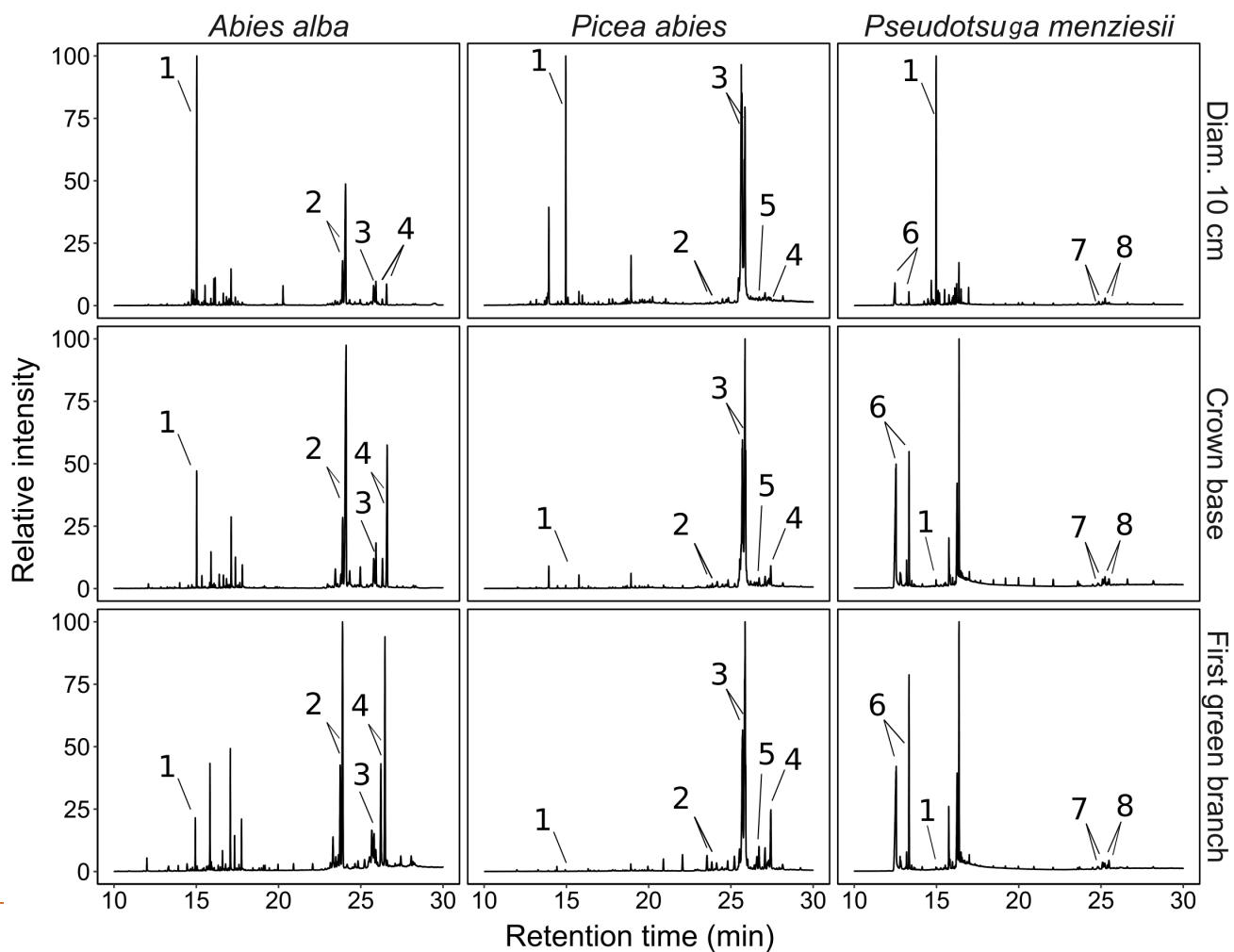
 Nous ne pouvons pas afficher l'image.

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

Carré sous le houppier, triangle dans le houppier, noirs sans éclaircies, blancs avec éclaircies



7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenoux
Dijon



Evolution de la nature des extractibles des noeuds en fonction de la hauteur

- 1 = D-Pinitol
- 2 = Secoisolariciresinol
- 3 = hydroxymatairesinol
- 4 = lariciresinol
- 5 = conidendrin
- 6 = isohydroxymatairesinol
- 7 = taxifolin
- 8 = nortrachelogenin




7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



Nous ne pouvons pas afficher l'image.





 Nous ne pouvons pas afficher l'image.

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

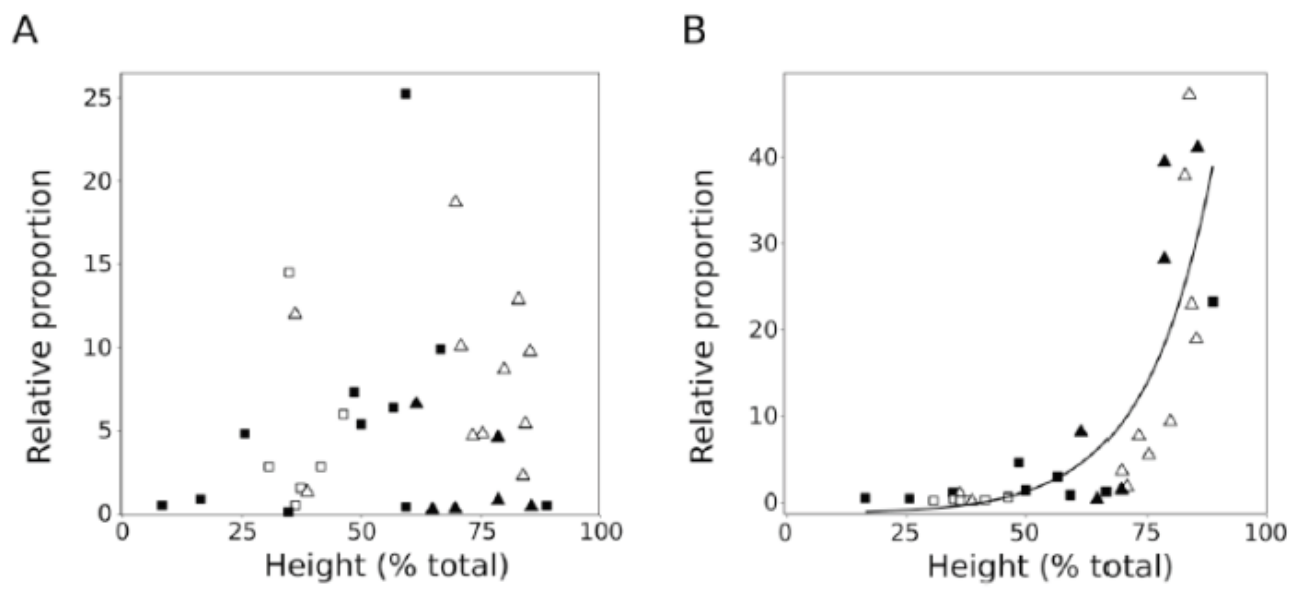
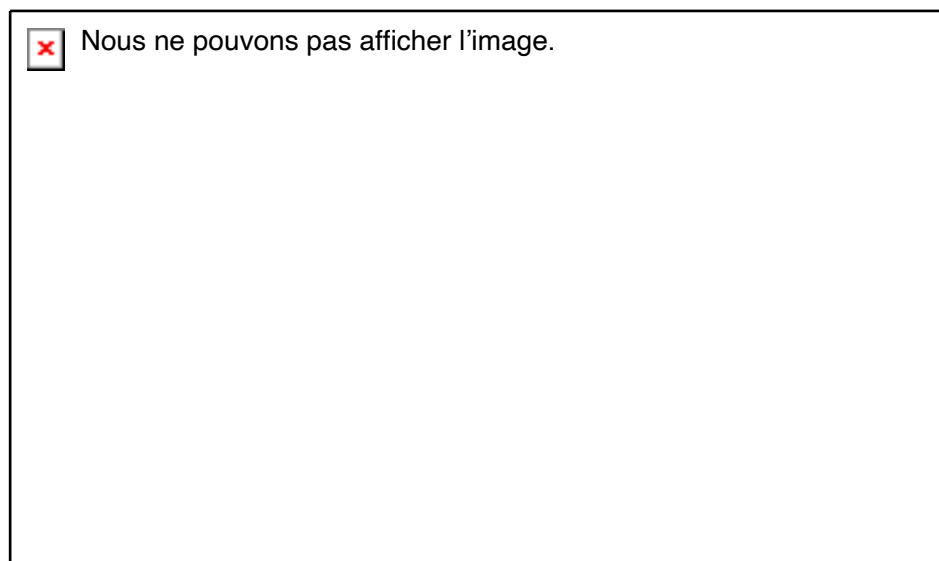
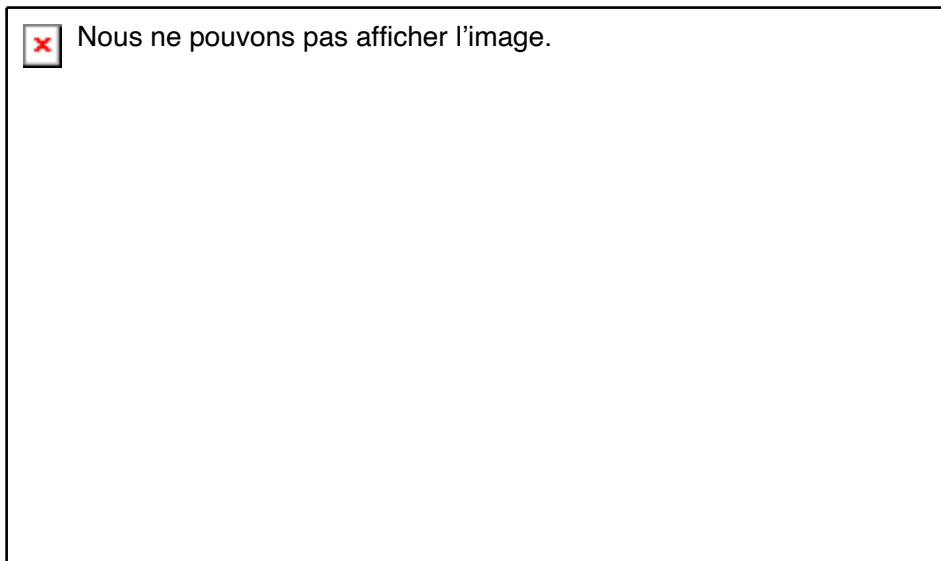


Figure 5: Relative proportions of compounds in *P. menziesii* plotted against sample height (% total): (A) taxifolin which is present in constant relative proportions with knot height; (B) D-pinitol, which has a significant exponential relationship where the proportion quickly increases in the very top samples. Samples from knots present below the crown are shown with square shapes, whereas those from knots present within the crown are shown with triangle shapes. There was no clear effect of management type (un-thinned = filled shapes; thinned = open shapes).

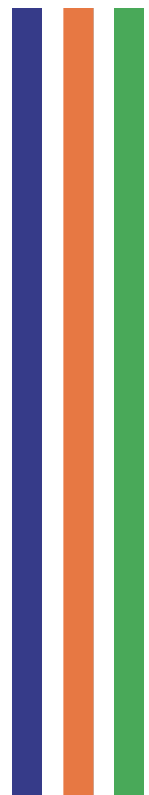


Taux d'extraits des nœuds de feuillus (extraction à l'éthanol)



Analyses chromatographiques en cours

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

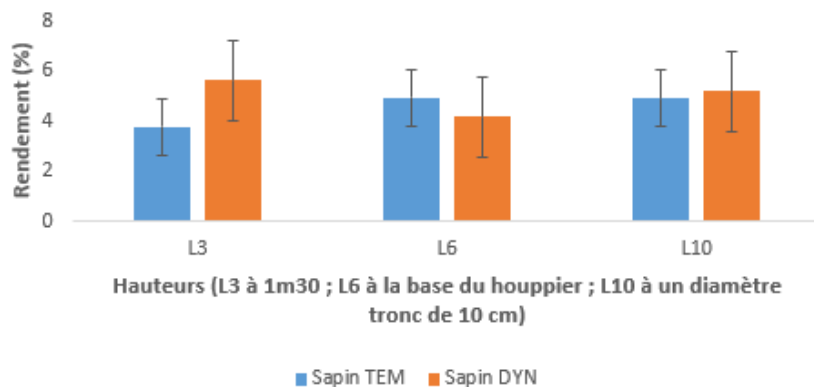
Compartment Bois



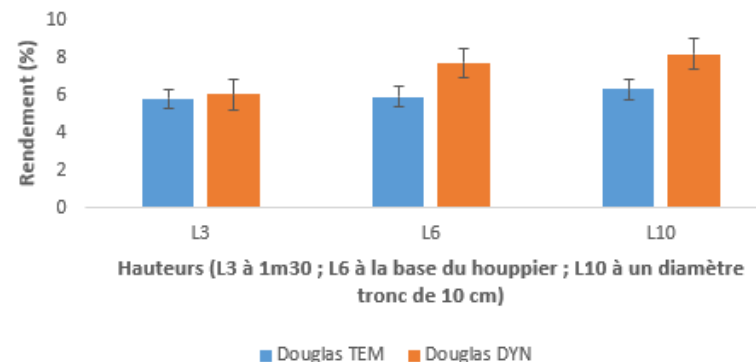


Taux d'extraits du duramen obtenus avec un mélange eau/éthanol

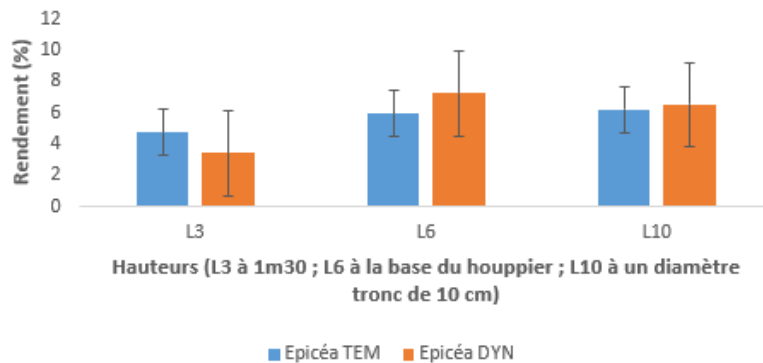
Rendements des extractions à l'eau / éthanol du duramen de sapin (4 arbres par sylviculture)



Rendements des extractions à l'eau / éthanol du duramen du douglas (4 arbres par sylviculture)



Rendements des extractions à l'eau / éthanol du duramen d'épicéa (4 arbres par sylviculture)



- Taux d'extraits plus faible que pour les écorces
- Peu d'influence du mode de sylviculture et de la hauteur
- Taux d'extraits des feuillus pratiquement finalisés
- Analyses chromatographiques en cours



Bilan

Compartiment écorces

Extractions eau-éthanol finalisées

extractions successives finalisées sur les cinq essences

Compartiment nœuds

extractions éthanol finalisées les cinq essences

Compartiment bois

Extraction eau-éthanol finalisées sur le duramen finalisées pour les résineux, à finir sur les feuillus

Extraction eau-éthanol sur le duramen à finir

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE

AgroParisTech



INSTITUT NATIONAL
DE L'INFORMATION
GÉOGRAPHIQUE
ET FORESTIÈRE



Crittbois
RESSOURCES & TRANSFERTS TECHNOLOGIQUES



- Quantitative and qualitative composition of bark polyphenols changes longitudinally with bark maturity in *Abies alba* Mill. M. Brennan, C. Fritsch, S. Cosgun, S. Dumarçay, F. Colin, P. Gérardin *Annals of Forest Sciences*, 77: 9, 2020
- Yield and compositions of bark phenolic extractives from three commercially significant softwoods show intra- and inter-specific variation. Marea Brennan, Clément Fritsch, Sylvain Cosgun, Stéphane Dumarçay, Francis Colin, Philippe Gérardin *Plant Physiology and Biochemistry* 155, 346–356, 2020
- 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*. Marea Brennan, David Hentges, Sylvain Cosgun, Stéphane Dumarçay, Francis Colin, Christine Gérardin, Philippe Gérardin, *Holzforschung*, <https://doi.org/10.1515/hf-2020-0108>
- 2 articles soumis à la Revue Forestière Française
- Thèse de Clément en cours

7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE

AgroParisTech



INSTITUT NATIONAL
DE L'INFORMATION
GÉOGRAPHIQUE
ET FORESTIÈRE



Crittbois
RESSOURCES & TRANSFERTS TECHNOLOGIQUES



Remerciements

A toute l'équipe Extra_ForEst et tout particulièrement : Maree, Marie Christine, Pauline, Christine, Clément, Sylvain, David, Hubert, Adrien, Stéphane, Francis...

ainsi qu'aux différents stagiaires ayant participé au projet

Sans oublier nos financeurs



7^e réunion
publique
13 oct. 2020
Champenois
Dijon

