

Production à l'échelle pilote d'anthocyanes et de flavonoïdes à partir de *Perilla frutescens* à l'aide de techniques membranaires couplées : Microfiltration en Flux Tangentiel (MFT) et Osmose Inverse (OI)

Linghua Meng^{a,b,c}, Yves F. Lozano^a, Isabelle Bombarda^b, Emile M. Gaydou^b, B. Li^c, T. Teai^d

^a Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD), UMR Génie des Procédés et d'Elaboration des Bioproduits (GPEB), TA 40/16, 73 Avenue Agropolis, 34398 Montpellier Cedex 5, France.

^b Université Paul Cézanne, UMR CNRS 6171 Systèmes Chimiques Complexes, Equipe Phytochimie, Avenue Escadrille Normandie Niémen, Case 461, Marseille cedex 20, France

^c South China Agricultural University (SCAU), Wushan, Tianhe, 510642 Guangzhou, China

^d Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Université de la Polynésie Française, BP 6570, 98702 Faaa, Tahiti, Polynésie Française.

L'extraction et la concentration à l'échelle pilote de polyphénols à partir de *Perilla frutescens* var. *frutescens* récoltée et séchée dans la région de Guangzhou (Chine) a été étudiée. L'extraction par diffusion à froid dans de l'eau acidifiée par des acides minéraux et organiques (0,2 à 0,01 mol.L⁻¹) montre que l'acide nitrique à 0,01 mol.L⁻¹ est le mieux adapté pour extraire les flavonoïdes de ce cultivar à feuilles modérément colorées. L'extrait rouge obtenu titre 12 mg.L⁻¹ d'anthocyanes (exprimé en équivalent cyanidine) et contient d'autres flavones et acide-phénols. Le procédé multi-étapes comporte une MFT sur membrane en céramique (P19-60, 0,2µm, S=0,3 m²), une OI (membrane de désalinisation SW 30, S=2 m²) et une Evaporation Rotative (ER). Les débits de filtration sont élevés et constants en MFT (150 L.h⁻¹.m², à dP=0,6b) et en OI (22 L.h⁻¹.m² à dP=40b). L'extrait rouge est concentré 9,4 fois par OI et ensuite 5,4 fois par ER. Le concentré final renferme 422 mg.L⁻¹ d'anthocyanes, représentant 70% des anthocyanes présents dans le filtrat de MFT. Le rapport entre les diverses familles de flavonoïdes reste inchangé durant le procédé. L'extrait concentré à un pH=2,7 et une acidité libre correspondant à 46% de l'acidité initialement ajoutée au cours de l'extraction aqueuse, du fait du pouvoir tampon de l'extrait végétal. Au cours de la concentration, une cristallisation blanche se forme qui a été identifiée comme étant un tartrate.

Mots-clefs: *Perilla frutescens*; polyphénols; technologies membranaires; échelle pilote; microfiltration à flux tangentiel, osmose inverse.

Title : Anthocyanin and flavonoid production from *Perilla frutescens*: pilot plant scale processing including coupled membrane technology: Cross Flow Microfiltration (CFM) and Reverse Osmosis (RO)

Extraction and concentration at pilot plant scale of polyphenolics from *Perilla frutescens* var. *frutescens* harvested in Guangzhou area (China) was investigated. Study of cold extraction efficiency using water acidified with mineral and organic acids (0.2 to 0.01 mol.L⁻¹), showed that 0.01 mol.L⁻¹ nitric acid was the most suitable to extract flavonoids from this red-leaf cultivar slightly colored. The red extract obtained showed 12 mg.L⁻¹ anthocyanins (as cyanidin equivalent) and contained other flavones and acid-phenols.

The multi-step process included a CFM equipped with a ceramic-type membrane (P19-60, 0.2µm, S=0.3 m²), a RO (desalinization membrane SW 30, S=2 m²) and a Rotating Evaporator (RE). The filtration flows were high and constant for CFM (150 L.h⁻¹.m² at 0.6b) and for RO (22 L.h⁻¹.m² at 40b). The red extract was concentrated 9.4 times by RO and then 5.4 times by RE. The final concentrate contained 422 mg.L⁻¹ anthocyanins, representing 70% of the total extracted anthocyanins found in the CFM filtrate. The flavonoid balance was found unchanged during processing. The concentrated extract showed a pH=2.7 and a free acidity found to be 46% of the acidity initially added for aqueous extraction, because of the buffering capacity of the plant extract. At the concentration level reached, a whitish crystallized deposit occurred and was identified as tartrate.

Keywords: *Perilla frutescens*; polyphenolics; membrane technology; pilot-scale; cross flow microfiltration, reverse osmosis.