

Étude de l'applicabilité de la méthodologie de transposition d'échelle par le principe des similitudes (du laboratoire à l'échelle pilote) : Cas du procédé d'extraction d'écorces de tronc de *Annickia polycarpa* (DC.) Setten & Maas (Annonaceae)

Study of the applicability of scaling up methodology by the principle of similarities (from laboratory to pilot scale): Case of the trunk bark extraction process of *Annickia polycarpa* (DC.) Setten & Maas (Annonaceae)

Lia G. Jose Arthur*, Kone S. Serge Alain, Dally L. Ismaël

Laboratoire des Sciences du Médicament, Sciences Analytiques et Santé Publique, Unité de formation et de recherche des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, Université Felix Houphouët-Boigny, Abidjan, Côte d'Ivoire

(*) Auteur correspondant : jliafr@yahoo.fr

Reçu le 18 juillet 2025, accepté le 05 novembre 2025 et publié le 25 novembre 2025

Cet article est distribué suivant les termes et les conditions de la licence CC-BY

(<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.fr>)

Résumé

Cette étude vise à évaluer la faisabilité de la transposition d'échelle du procédé d'extraction d'écorces de tronc de *Annickia polycarpa* (DC.) Setten & Maas (Annonaceae), plante médicinale d'usage traditionnel en Afrique de l'Ouest, à partir de la méthodologie du principe des similitudes. La démarche consiste à reproduire à l'échelle pilote les conditions opératoires de laboratoire, en conservant les performances technologiques (rendement, qualité, propriétés physico-chimiques) de l'extrait obtenu. Les étapes expérimentales incluent la macération à chaud, l'évaporation sous vide, le séchage et la caractérisation des extraits aux deux échelles. À l'échelle pilote, l'extraction a permis d'obtenir un rendement liquide de 95 % contre 89,58 % au laboratoire. Le temps d'évaporation a été réduit de moitié (2h27 vs 4h11) malgré une température plus basse (40 °C vs 70 °C), en raison d'un meilleur vide et d'une surface d'échange thermique plus grande. Le séchage, plus rapide à l'échelle industrielle (31h10 vs 44h35), a abouti à un rendement sec supérieur (24 % vs 18,46 %). Les extraits finaux ont présenté des caractéristiques similaires : humidité résiduelle conforme (4 %), granulométrie fine ($D_{x50} \approx 2,3 \mu\text{m}$), et bonne solubilité. Ces résultats valident la transposition d'échelle, malgré quelques écarts aux principes dynamiques (ex. Agitation constante), grâce à une meilleure efficacité technologique à l'échelle pilote. L'étude confirme la pertinence du principe des similitudes comme outil de rationalisation dans le développement industriel d'extraits végétaux à visée thérapeutique.

Mots clés : Transposition d'échelle – Principe de similitude – Procédé d'extraction – *Annickia polycarpa*

Abstract

This study aims to evaluate the feasibility of scaling up the extraction process of bark from *Annickia polycarpa* (DC.) Setten & Maas (Annonaceae), a medicinal plant traditionally used in West Africa, using the similarity principle methodology. The approach consists of reproducing on a pilot scale the operating conditions in the laboratory, while maintaining the technological performance (yield, quality, physico-chemical properties) of the obtained extract. The experimental steps include hot maceration, vacuum evaporation, drying and characterization of extracts at both scales. At the pilot scale, the extraction achieved a liquid yield of 95 % compared to 89.58% in the laboratory. The evaporation time was halved (2h27 vs 4h11) despite a lower temperature (40 °C vs 70 °C), due to better vacuum and larger heat exchange surface. The drying, faster on an industrial scale (31h10 vs 44h35), resulted in a higher dry yield (24 % vs 18.46 %).

The final extracts presented similar characteristics: compliant residual moisture (4 %), fine grain size ($D_{x50} 2.3 \mu\text{m}$), and good solubility. These results validate the scale transposition, despite some deviations from dynamic principles (e.g., Constant agitation), thanks to better technological efficiency at pilot scale. The study confirms the relevance of the principle of similarities as a tool for rationalization in the industrial development of plant extracts for therapeutic purposes.

Keywords: Transposition of scale – Principle of similarity – Extraction process - *Annickia polycarpa*

1. Introduction

La transposition d'échelle constitue une étape essentielle dans le développement industriel des procédés pharmaceutiques, notamment ceux impliquant des extraits végétaux. Elle vise à reproduire fidèlement à plus grande échelle les performances obtenues en laboratoire, en garantissant la qualité, l'efficacité et la reproductibilité du produit final. Ce processus complexe est rendu difficile par la diversité des paramètres physiques, thermiques et hydrodynamiques qui varient selon l'échelle de production.

La maîtrise de la transposition est cruciale afin d'assurer une production industrielle viable économiquement et techniquement [1,2].

Le choix de *Annickia polycarpa* (Annonaceae) pour cette étude est justifié par ses usages traditionnels éprouvés en Afrique de l'Ouest, notamment pour ses propriétés antipaludiques, antimicrobiennes et antioxydantes [3]. La méthode d'extraction retenue, la macération à chaud, est largement utilisée pour les plantes médicinales présentant une matrice complexe. Elle permet d'extraire efficacement les métabolites actifs sensibles à la température en contrôlant soigneusement la température et la durée d'extraction [4]. Ce procédé simple et adaptable est particulièrement pertinent pour *Annickia polycarpa*, dont les compositions bioactives requièrent une extraction douce mais efficace [5,6].

Enfin, le passage à l'échelle pilote répond à la nécessité d'amplifier les quantités extraites afin d'évaluer la faisabilité technique et économique d'un procédé industriel. En effet, la transposition d'échelle permet d'intégrer les contraintes techniques liées au volume, au transfert thermique, au brassage et à la filtration tout en maintenant l'intégrité des extraits. Cela constitue une étape indispensable avant toute production à grande échelle ou mise sur le marché. Le principe des similitudes constitue un outil méthodologique rigoureux pour encadrer la transposition d'échelle. Il repose sur l'identification et la conservation de grandeurs adimensionnelles (telles que le nombre de Reynolds, le nombre de Péclet, etc.) Permettant d'assurer l'homogénéité des phénomènes dominants entre les échelles [7]. Ce principe est particulièrement pertinent pour les procédés d'extraction, qui impliquent des phénomènes complexes de transfert de matière et de chaleur [8].

Toutefois, les procédés d'extraction à base de plantes présentent des défis supplémentaires liés à la nature hétérogène des matrices végétales, à la variabilité de composition des matières premières et à la sensibilité thermique de certains composés bioactifs. Ces facteurs rendent la transposition d'échelle d'autant plus délicate et justifient l'application rigoureuse du principe des similitudes pour une meilleure maîtrise du procédé [9].

Ainsi, cette étude vise à appliquer la méthodologie du principe des similitudes pour évaluer la transposition d'échelle du procédé d'extraction des écorces de tronc de *Annickia polycarpa*, du laboratoire à l'échelle pilote, en conservant les performances technologiques et la qualité de l'extrait.

2. Matériel et Méthodes

2.1. Matériel

2.1.1. Matériel végétal

Le matériel végétal était des écorces de tronc de *Annickia polycarpa* (DC.) Setten & Maas (Annonaceae). Elles ont été récoltées à environ 75 km de Daloa sur la voie de Zoukougbeu, dans la forêt Classée du Haut Sassandra de Daloa, le dimanche 22 août 2021. L'échantillon a été authentifié par une identification morphologique au Centre National de Floristique de l'Université FELIX HOUPHOUËT-BOIGNY (UFHB). L'herbier y est conservé sous le numéro UCJ001184. Les écorces prélevées ont été séchées à la température ambiante (25 °C), à l'abri du soleil, pendant deux semaines. Elles ont été ensuite broyées (Broyeur Retsch GM 300) à 2000 tr/min pour obtenir une poudre fine.

2.1.2. Équipements et matériels techniques

Les équipements et matériels techniques utilisés étaient constitués d'un agitateur KIKA Type Euro-STP, un bain marie FUNGILAB Eagle Type 150-B12S, une balance Denver Instrument Type SI-602, une balance de précision O'haus Pioneer Type PA 512, des béchers, un tamis de 100µm, un évaporateur E1400v3 FF3, un cuiseur basculant (Réacteur 80L), un rotavapor Heidolph Type Heizbad Hei-Vap, les filtres en toile 90µm, un broyeur Retsch GM 300, une étuve à gaz.

2.2. Méthodes

2.2.1. Préparation des extraits par macération à chaud

L'opération de macération à chaud a consisté à laisser séjourner la poudre de drogue dans de l'eau osmosée portée à une température de 80 °C sous agitation, pour extraire les métabolites actifs. Le rendement d'extraction liquide a été calculé selon la formule :

$$\% \text{ R. E. L.} = \frac{\text{Quantité d'eau utilisée}}{\text{Concentré extrait liquide}} \times 100$$

- A l'échelle du laboratoire

Cent grammes de poudre de drogue ont été mis dans un bécher d'une capacité de 3 litres contenant au préalable 800 mL d'eau osmosée chauffée à 80°C au bain marie. Le mélange a été agité avec un agitateur à hélices pendant 1h30 minutes. Le mélange est filtré à l'aide d'un tamis de 100 µm de maille.

A deux reprises, 800 mL d'eau osmosée de 80 °C ont été ajoutés au résidu de poudre de drogue et la même opération a été réalisée afin d'épuiser la drogue, en agitant pendant 1 heure à chaque fois.

Le rendement d'extraction liquide a été calculé.

- A l'échelle pilote

Trois mille grammes de poudre de drogue ont été mis dans un cuiseur (Réacteur) basculant rempli de 80 L d'eau osmosée chauffée jusqu'à 80 °C. Le mélange a été agité pendant 1h30 min. Le mélange est filtré à l'aide d'un filtre en toile de 90 µm de diamètre de maille.

À deux reprises, nous avons ajouté 80 L d'eau osmosée au résidu de poudre de drogue et réalisé la même opération afin d'épuiser la drogue, cette fois-ci en agitant pendant 1h.

Le rendement d'extraction liquide a été calculé.

2.2.2. Procédé d'évaporation des macérats

- A l'échelle du laboratoire

L'extrait liquide obtenu après macération a été évaporé au Rotavapeur Heidolph pour être réduit au tiers de son volume. Le concentré est obtenu à 70 °C sous vide, puis séché. Le temps d'évaporation a été déterminé.

- A l'échelle pilote

L'extrait liquide obtenu au cuiseur basculant est concentré par évaporation sous vide à l'aide de l'Évaporateur E1400v3 pour être réduit au tiers de son volume. Le concentré est obtenu à 40 °C sous vide, puis séché. Le temps d'évaporation a été déterminé.

2.2.3. Séchage des concentrés

- A l'échelle du laboratoire

Après avoir été réduits au tiers de leur volume, les concentrés d'extraits sont séchés à l'étuve MEMMERT à 55 °C. L'extrait sec obtenu a été pesé. Le temps de séchage a été noté. Le rendement d'extraction (R) a été calculé selon la formule suivante :

$$\% R = \frac{\text{Masse extrait sec}}{\text{Masse poudre écorce}} \times 100$$

- A l'échelle pilote

Après avoir été réduits au tiers de leur volume, les concentrés d'extraits ont été séchés à l'étuve à gaz 80°C. L'extrait sec obtenu a été pesé. Le rendement d'extraction a été calculé et le temps de séchage a été noté.

2.2.4. Etude de caractérisation de l'extrait

La caractérisation des poudres d'extraits nous a permis de comparer certaines propriétés pharmaco-techniques des extraits pulvérulents. L'examen macroscopique/organoleptique, la granulométrie, le taux d'humidité résiduelle et la solubilité sont les tests de caractérisation réalisés sur les poudres.

Le tableau ci-dessous présente l'ensemble des tests effectués sur chaque échantillon. Les cases cochées sont les tests que nous avons effectués.

Nos normes ont été obtenues de la Pharmacopée Européenne 9^{ème} édition [10].

Tableau 1 : Tests effectués sur les différents extraits

Tests de caractérisation des poudres	Échelle du laboratoire (Étuve)	Échelle pilote (Étuve à gaz)
Examen macroscopique et organoleptique	X	X
Analyse granulométrique au laser	X	X
Test d'humidité résiduelle	X	X
Test de solubilité	X	X

- Détermination des caractères organoleptiques des extraits

Les caractères organoleptiques des extraits ont été déterminés par une observation de la couleur, du goût et de l'odeur.

- Détermination de l'humidité résiduelle

Trois prises d'essai de 1 g de poudre (m) ont été introduites, respectivement dans 3 verres de montre préalablement tarés. Les masses des prises d'essai, plus les tares, ont été notées. Après 2 h dans l'étuve à la température de 102 ± 2 °C, les prises d'essais ont été de nouveau pesées. La constance de la masse a été vérifiée en chauffant 1h de plus à chaque fois, jusqu'à ce que la différence de masse soit inférieure à 0,5 mg. La masse d'eau contenue dans la poudre de chaque verre de montre a été notée M et donnée par la formule : $M = m - m'$. La masse après séchage est : m.

Le taux d'humidité résiduelle (HR%) a été calculé :

$$\% HR = \frac{m - m'}{m} \times 100$$

La norme doit être comprise entre 3 et 5 % [10].

- Analyse granulométrique des extraits

Le passage des extraits au granulomètre laser MALVERN de type MASTERSIZER 3000 E a permis de déterminer le profil de répartition granulométrique de la poudre, puis la taille médiane des particules (D_x50), les déciles D_x10 , D_x90 ainsi que le rapport $D90/D10$ (qui doit être proche de 1 pour une homogénéité de taille des particules) [10].

- Détermination de la solubilité

La méthode était celle de l'OCDE 105 (Organisation de Coopération et de Développement Économiques). Des volumes d'eau croissants ont été ajoutés progressivement à environ 0,1 g d'échantillon (pulvérisés), à température ambiante, dans un flacon

gradu  de 10 ml ferm  par un bouchon en verre. Apr s chaque ajout d'eau, le m lange a  t  agit  pendant 10 minutes. On a v rifi  ensuite visuellement si l' chantillon  tait compl tement dissous. Si des parties non dissoutes de l' chantillon subsistaient apr s l'addition de 10 ml d'eau, l'essai devait se poursuivre dans un flacon gradu  de 100 ml. Le Tableau 2 ci-dessous donne la solubilit  approximative en fonction du volume d'eau qui dissout compl tement l' chantillon. Si la solubilit  est faible, le temps requis pour dissoudre la substance peut  tre long et il faut attendre au moins 24 heures. Si apr s 24 heures la substance n'est toujours pas dissoute, il y a lieu d'attendre jusqu'  96 heures ou de proc der   une dilution plus pouss e [11].

Tableau 2 : Diff rents types de solubilit  selon l'OCDE

Volume d'eau dissolvant 0,1 g	0,1	0,5	1	2	10	100	> 100
Solubilit� approximative (g/l)	> 1000	1000 � 200	200 � 100	100 � 50	50 � 10	10 � 1	< 1

2.2.5.  tude du principe des similitudes

Un principe physique fondamental lors d'une  tude de transposition d' chelle est le principe des similitudes. Il concerne les relations existantes entre les grandeurs de m me nature observ es sur des syst mes de taille diff rente.

La transposition d' chelle du laboratoire   l' chelle pilote (ou changement d' chelle) est une  tape cruciale dans le d veloppement de proc d s en g nie des proc d s. Elle traduit le passage d'exp riences r alis es   petite  chelle (laboratoire) vers des unit s plus grandes (pilote), en conservant les performances et la qualit  du produit. Ce processus repose principalement sur les principes des similitudes, qui permettent de garantir un comportement physico-chimique similaire entre les diff rentes  chelles [7].

Tableau 3 : Correspondance des  quipements entre l' chelle laboratoire et l' chelle pilote

Op�rations	�chelle du laboratoire	�chelle pilote	Commentaires et Principes de similitude associ�s
Extraction	Dispositif d'extraction (bain marie, agitateur, b�cher)	Cuiseur/R�acteur avec agitation et chauffage	Similitude thermique (temps/temp�rature), agitation (Reynolds, P/V)
Filtration	Tamis	Filtre	Similitude de d�bit et de perte de charge
�vaporation	�vaporateur rotatif sous vide	�vaporateur sous vide (plus grande capacit�)	Temps de s�jour, pression et transfert thermique (nombre de Nusselt, Biot)
S�chage	�tuve	S�cheur � gaz	Transfert de chaleur et de masse (nombres de Biot et de Lewis)

3. R sultats

3.1.  tude des param tres influen ant l'extraction par mac ration   chaud

Le temps de filtration  tait sup rieur de **8 min**   l' chelle pilote, la vitesse de filtration  tait quant   elle de **22,8 l/min** soit **environ 85 fois** celle du laboratoire (**0,269 l/min**),

La masse de la poudre d' corce utilis e   l' chelle pilote  tait **30 fois** sup rieure   celle utilis e au laboratoire.

Le rendement d'extraction liquide est pass  de **89,58 % au laboratoire   95,00 %   l' chelle pilote**, malgr  une vitesse d'agitation constante (100 tr/min)

Tableau 4 : Param tres mesur s avant et apr s mac ration   l' chelle de laboratoire et pilote

Param�tres	Au laboratoire	A l'�chelle pilote
Masse d'�corce de plante	100g	3000g de poudre
Quantit� d'eau utilis�e	2,4 L	240 L
Extrait liquide	2,15 L	228 L
Temp�rature d'extraction	80 �C	80 �C

Temps d'extraction	3h30	3h30 min
Temps de filtration	8 minutes 49s	10 minutes 42s
Rendement d'extraction liquide	89,58 %	95,00 %

3.2. Paramètres influençant l'évaporation

Le temps d'évaporation est 2 fois plus court à l'échelle pilote (2h27 vs 4h11), bien que la température soit plus basse (40 °C contre 70 °C).

Tableau 5 : Comparaison des résultats issus de la concentration des extraits liquides

	Au laboratoire	A l'échelle pilote
Extrait liquide de départ	2,15 L	228 L
Temps d'évaporation pour une concentration au 1/3	4 heures 11 minutes	2 heures 27 minutes
Température d'évaporation sous vide	70 °C	40 °C
Volume d'extrait obtenu	0,75 L	75 L

3.3. Paramètres influençant le séchage

Le temps de séchage à l'échelle pilote était environ 1,8 fois inférieur à celui du séchage à l'étuve au laboratoire.

Nous avons obtenu un rendement inférieur (**18,64%**) à l'échelle du laboratoire par rapport à celui obtenu à l'échelle pilote (**24 %**). Les rendements à l'échelle pilote sont nettement plus importants, soit un gain de 23,08% par rapport au rendement à l'échelle pilote.

Le séchage est plus rapide à l'échelle pilote (31h10 min vs 44h35 min) avec un **rendement sec supérieur (24,00 % vs 18,46 %)**.

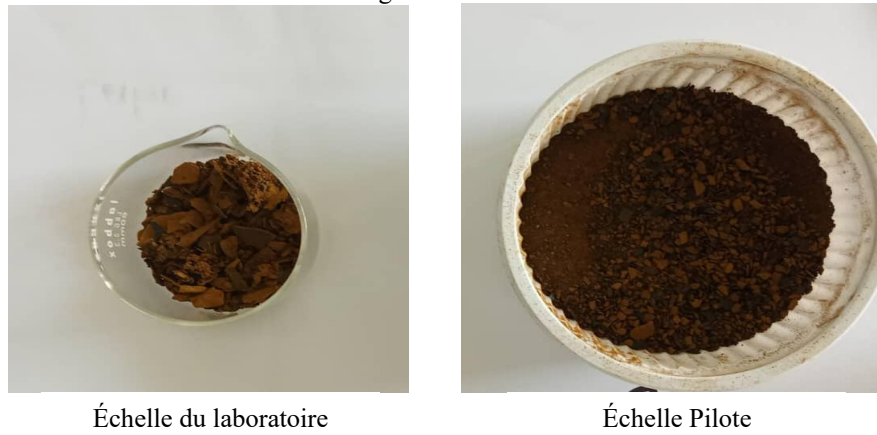
Tableau 6 : Comparaison des résultats du séchage des extraits aux différentes échelles

	Au laboratoire	A l'échelle pilote
Concentré liquide d'extrait	0,75 litre	75 litres
Temps de séchage	44h35 min	31h10 min
Masse d'extrait obtenue	18,46 g	720 g
Rendement %	18,46 %	24 %

3.4. Caractéristiques des extraits

3.4.1. Caractères organoleptiques

Les deux extraits secs (au laboratoire et à l'échelle pilote) étaient de couleur marron, sous forme de paillettes, légèrement amers avec une odeur caractéristique à la plante pour les deux extraits.



Échelle du laboratoire

Échelle Pilote

Figure 1 : Extraits des écorces de tronc de *Annickia polycarpa* obtenus à l'échelle du laboratoire et à l'échelle pilote

3.4.2. Taux d'humidité résiduelle

Le taux d'humidité résiduelle de la drogue végétale a été conforme à la norme (compris entre 3 et 5 %). Pour chacun des 2 extraits, le taux d'humidité résiduelle était de $04,00\% \pm 0,01\%$.

3.4.3. Analyse granulométrique

Les extraits étaient tous des poudres très fines au vu de la D_{x50} qui était inférieure à $125 \mu\text{m}$. Les deux extraits présentent des D_{x10} presque identiques (entre $1,6-1,61 \mu\text{m}$) indiquant ainsi que 10 % des particules ont un diamètre inférieur à la valeur de D_{x10} . « L'extrait pilote » a des particules légèrement plus fines ($2,35 \mu\text{m}$) et la distribution la plus étroite ($D_{90} = 5,78 \mu\text{m}$ contre $6,06$ pour « l'extrait étuve »).

« L'extrait obtenu au laboratoire » a la moyenne de taille la plus élevée ($3,35 \mu\text{m}$), donc des particules globalement plus grosses.

« Les extraits » ont un rapport D_{x90} / D_{x10} supérieur à 1, indiquant une distribution hétérogène des tailles, soit beaucoup de particules très grosses ou très petites, ce qui peut avoir une incidence sur le profil rhéologique de ces extraits.

Tableau 7 : Distribution de la taille des particules des différents extraits

	Laboratoire	Pilote
D_x (10)	1,61 μm	1,60 μm
Médiane : D_x (50)	2,39 μm	2,3 5 μm
D_x (90)	6,06 μm	5,78 μm
Moyenne	3,35 μm	3,24 μm
D_x 90 / D_x 10	3,78	3,61

3.4.4. Solubilité approximative

Le tableau 10 ci-dessous donne, sous le volume d'eau qui dissout complètement l'échantillon, la solubilité approximative. Les extraits étaient solubles dans l'eau avec une solubilité approximative de 100-200 g/L. Les deux extraits avaient des profils de solubilité similaires.

Tableau 8 : Résultats de la solubilité approximative

Désignation	Volume d'eau dissolvant 0,1 g	Solubilité approximative (g/l)
Extrait étuve	1	100 à 200
Extrait pilote	1	100 à 200

3.5. Analyse des résultats issus de l'application du principe des similitudes

3.5.1. Opération d'extraction

Les proportions géométriques ont été bien respectées entre le laboratoire (2 L) et l'échelle pilote (100 L). La vitesse d'agitation reste identique (100 tours par minute, avec un agitateur à hélice), ce qui enfreint les principes de similitude dynamique car le nombre de Froude n'est pas conservé. Malgré cela, le rendement d'extraction liquide est meilleur à l'échelle pilote (95 % contre 89,58 %).

Tableau 9 : Récapitulatif des paramètres et résultats d'extraction

Paramètres	Échelle du laboratoire	Échelle pilote
Volume du récipient	2 litres	100 litres
Vitesse d'agitation	100 tours/min	100 tours/min
Masse de la drogue	100 g	3000 g
Volume d'eau total	2,4 litres	240 litres
Temps d'extraction	3 heures 30 minutes	3 heures 30 minutes
Extrait liquide obtenu	2,15 litres	228 litres
Température d'extraction	80 °C	80 °C
Taille du filtre	100 µm	90 µm
Temps de filtration	8 minutes 49 secondes	10 minutes 42 secondes
Rendement d'extraction liquide	89,58 %	95,00 %

3.5.2. Opération d'évaporation

À l'échelle pilote, l'évaporation est plus rapide (2h27 contre 4h11) malgré une température plus basse (40 °C contre 70 °C). Cela indique un meilleur transfert thermique.

Tableau 10 : Récapitulatif des paramètres et résultats d'évaporation

Paramètres	Échelle du laboratoire	Échelle pilote
Extrait liquide de départ	2,15 litres	228 litres
Temps d'évaporation pour une concentration au 1/3	4 heures 11 minutes	2 heures 27 minutes
Température	70 °C	40 °C
Volume d'extrait obtenu	0,75 litre	75 litres
Taux d'évaporation	66,67 %	67,11 %

3.5.3. Opération de séchage

La température de séchage est plus élevée à l'échelle pilote (80 °C contre 50 °C). Le rendement d'extraction final est aussi supérieur (24 % contre 18,46 %), ce qui pourrait s'expliquer par une efficacité accrue du sécheur à gaz. La similitude thermique n'est pas strictement respectée mais les performances sont améliorées ce qui est un atout pour une extraction en grande quantité.

Tableau 11 : Récapitulatif des paramètres et résultats du séchage

Désignation	Échelle du laboratoire	Échelle pilote
Extrait liquide de départ	0,75 litre	75 litres
Temps de séchage	44 h 35 min	31 h 10 min
Température	50 °C	80 °C
Masse d'extrait sec	18,46 g	720 g
Rendement d'extraction	18,46 %	24 %

4. Discussion

L'objectif de cette étude était de transposer un procédé d'extraction d'écorces de *Annickia polycarpa* de l'échelle du laboratoire (100 g) à une échelle pilote (3 kg), tout en garantissant la conservation des caractéristiques physico-chimiques et pharmaco-techniques de l'extrait final. Les résultats obtenus démontrent non seulement la faisabilité de cette transposition, mais révèlent

également des optimisations de rendement et de cinétique de procédé significatives à l'échelle supérieure. Cette discussion se propose d'analyser et d'interpréter ces résultats à la lumière des principes fondamentaux de l'ingénierie des procédés pharmaceutiques.

Un des résultats majeurs est l'augmentation du rendement d'extraction liquide malgré une similitude dynamique imparfaite, probablement grâce à une meilleure homogénéité thermique et à un brassage plus efficace dans un cuiseur industriel. Cette augmentation passe de 89,58 % au laboratoire à 95,00 % à l'échelle pilote. Cette amélioration de près de 6 % est contre-intuitive si l'on considère que la vitesse d'agitation (100 tr/min) est restée constante malgré une augmentation du volume de 30 fois. Selon les principes de la transposition d'échelle, le maintien d'une vitesse de rotation constante entre deux échelles différentes conduit à une diminution drastique de la puissance volumique et de l'efficacité du mélange [12]. En théorie, pour conserver une similitude géométrique et dynamique (par exemple, un nombre de Reynolds ou de Froude constant), la vitesse d'agitation aurait dû être ajustée [13]. Toutefois, l'amélioration observée est vraisemblablement liée à des facteurs tels qu'une meilleure homogénéité thermique et une augmentation de l'efficacité de la convection, ainsi que le rapport surface/volume plus important du cuiseur pilote. Dans un grand volume (240 L), l'inertie thermique est beaucoup plus importante. Le cuiseur pilote maintient une température de 80°C de manière plus stable et homogène que le récipient de laboratoire, limitant les gradients de température et favorisant une extraction plus uniforme et complète de la matrice végétale [14]. Même à une vitesse de rotation nominale identique, les forces de cisaillement et les schémas d'écoulement (convection) générés par l'agitateur dans un grand volume sont fondamentalement différents. Le brassage global plus efficace dans le cuiseur industriel a probablement amélioré le coefficient de transfert de masse entre le solvant (eau) et les particules de poudre, maximisant ainsi la diffusion des composés solubles hors de la matrice végétale [15]. Bien que la filtration ait été légèrement plus longue en temps absolu, la vitesse de filtration rapportée au volume traité était 85 fois supérieure, ce qui témoigne de l'efficacité de l'équipement pilote (filtre-pressé ou similaire) par rapport à une filtration de paillasse. Cela a permis de récupérer une plus grande proportion de la phase liquide, minimisant les pertes par rétention dans le gâteau de filtration [16].

Le succès de cette étape ne réside pas dans le respect strict des lois de similitude, mais dans l'exploitation des avantages intrinsèques de l'équipement industriel, qui a plus que compensé une agitation théoriquement sous-optimale.

En ce qui concerne l'évaporation, le phénomène paradoxal d'une durée deux fois plus courte à l'échelle pilote alors que la température d'évaporation est nettement plus basse (40 °C vs 70 °C) s'explique par les principes fondamentaux du transfert de chaleur et de masse sous vide. La performance d'un évaporateur est régie par l'équation $Q = U * A * \Delta T$, où Q est le flux de chaleur, U le coefficient de transfert global, A la surface d'échange et ΔT la différence de température. La principale raison de cette efficacité est un vide plus poussé dans l'équipement industriel. Une pression plus faible abaisse significativement la température d'ébullition de l'eau. Évaporer à 40°C suggère que la pression dans l'enceinte était d'environ 74 mbar, alors qu'à 70°C, elle était d'environ 312 mbar [17]. Cette basse température est en outre bénéfique pour la préservation des composés phytochimiques potentiellement thermosensibles. Les évaporateurs rotatifs de laboratoire ont une surface d'échange (A) limitée. Les évaporateurs industriels (à film tombant, à circulation forcée) sont conçus pour maximiser la surface d'échange et la turbulence du film liquide, ce qui augmente considérablement le coefficient de transfert de chaleur U [18]. La circulation active de l'extrait dans l'équipement pilote a assuré un renouvellement constant à la surface d'échange, évitant les surchauffes locales et accélérant le processus global.

Cette étape illustre parfaitement comment un changement de technologie peut radicalement modifier les paramètres opératoires tout en améliorant l'efficacité et la qualité du procédé, un principe clé de l'approche *Quality by Design* (QbD) [2].

Le gain de temps (31h vs 44h) et, surtout, l'augmentation spectaculaire du rendement en extrait sec (24 % vs 18,46 %) lors du séchage pilote sont directement liés à la technologie employée et aux conditions opératoires. Le séchage en étuve statique (laboratoire) est un processus lent, principalement limité par la diffusion de l'humidité de l'intérieur du produit vers la surface et par une ventilation souvent faible. Le sécheur à gaz industriel, fonctionnant à une température plus élevée (80°C vs 50°C) et avec une ventilation forcée, a considérablement accéléré le transfert de masse de l'eau vers l'air de séchage. Cette augmentation de la force motrice (gradient de température et de pression de vapeur) explique la réduction du temps de séchage [19]. L'écart de rendement de plus de 5 % est très significatif. Il est peu probable qu'il provienne uniquement de l'eau résiduelle (qui est identique dans les deux extraits). L'explication la plus plausible est que le séchage lent et à basse température au laboratoire a favorisé la formation d'une croûte en surface de l'extrait, piégeant l'humidité à l'intérieur et rendant le séchage à cœur très difficile, voire incomplet dans le temps imparti. De plus, les pertes de matière lors de la récupération d'une petite quantité (18g) sur les parois de la verrerie sont proportionnellement beaucoup plus importantes qu'à l'échelle pilote (720g) [12]. Le sécheur industriel, par sa conception, a permis un séchage plus homogène et une récupération plus exhaustive du produit.

Cette étape souligne l'importance critique du choix de la technologie de séchage, qui influence non seulement l'efficacité du procédé mais aussi le rendement économique final de la production.

La finalité d'une transposition d'échelle n'est pas de reproduire les paramètres de procédé, mais de garantir que le produit final présente des Attributs Qualité Critiques (CQA) équivalents [20]. Les résultats de caractérisation (caractères organoleptiques, analyse granulométrique) confirment brillamment cet objectif. Les caractères organoleptiques (couleur, odeur, goût), l'humidité résiduelle (4 %) et la solubilité sont identiques, indiquant une composition chimique macroscopique similaire. L'analyse granulométrique révèle des profils très proches. Fait notable, l'extrait pilote présente des particules légèrement plus fines (D_{x50} de 2,35 μm vs 2,39 μm) et une distribution plus étroite (span plus faible). Cette finesse accrue est probablement une conséquence positive du séchage plus rapide et plus énergique, qui a limité l'agglomération des particules [13]. Une poudre plus fine et plus homogène est souvent avantageuse pour les étapes de formulation ultérieures (meilleure dissolution, meilleure homogénéité de mélange) [21]. Le rapport $D_{x90}/D_{x10} > 1$ indique une distribution dispersée pour les deux, ce qui est typique des extraits naturels, mais la légère amélioration à l'échelle pilote est un atout.

La convergence de ces CQA, malgré des chemins de procédé (températures, temps, équipements) très différents, est la preuve ultime de la réussite de la transposition. Elle démontre que les changements de paramètres ont été maîtrisés et ont conduit à un produit final contrôlé et reproductible, ce qui est le fondement de la production pharmaceutique selon les Bonnes Pratiques de Fabrication (BPF) [13].

5. Conclusion

Cette étude a permis d'évaluer avec succès la faisabilité de la transposition d'échelle du procédé d'extraction d'écorces de tronc de *Annickia polycarpa* du laboratoire à l'échelle pilote, en assurant le maintien des performances technologiques et des caractéristiques physico-chimiques de l'extrait obtenu. Les résultats démontrent une amélioration du rendement d'extraction liquide ainsi qu'une accélération notable des temps d'évaporation et de séchage à l'échelle pilote. Le rendement d'extraction supérieur observé à l'échelle pilote, malgré le maintien d'une vitesse d'agitation constante, souligne le rôle déterminant de l'homogénéité thermique et de l'efficacité du brassage dans les grands volumes. Cette performance illustre qu'une transposition d'échelle réussie ne repose pas uniquement sur le respect strict des principes de similitude dynamique, mais aussi sur l'optimisation des conditions opératoires via des équipements appropriés. Le gain de temps dans les étapes d'évaporation et de séchage, combiné à une préservation améliorée des propriétés thermosensibles, témoigne de l'impact favorable des technologies industrielles modernes sur la qualité et la productivité du procédé.

La caractérisation rigoureuse des extraits a confirmé la conservation des attributs qualité critiques indispensables à l'usage pharmaceutique, notamment en termes d'humidité résiduelle, granulométrie et solubilité. Ces éléments garantissent la reproductibilité et la stabilité du produit final, conformément aux standards réglementaires et aux Bonnes Pratiques de Fabrication. Il convient toutefois d'insister sur la nécessité de poursuivre les études par des répétitions multiples afin d'évaluer la robustesse et la reproductibilité du procédé à grande échelle. Par ailleurs, l'intégration d'une approche Quality by Design (QbD) dans le cadre du développement industriel pourrait renforcer l'optimisation des paramètres critiques de procédé et mieux maîtriser les sources de variabilité.

En somme, cette étude illustre la pertinence méthodologique du principe des similitudes en tant qu'outil pour la rationalisation des phases de transposition d'échelle, tout en mettant en lumière l'importance cruciale de l'adaptation technologique pour garantir efficacité, qualité et viabilité économique dans la production d'extraits végétaux à visée thérapeutique. Ces résultats ouvrent ainsi la voie à une production industrialisée fiable d'extraits de *Annickia polycarpa*, contribuant au développement durable et à la valorisation pharmaceutique des ressources végétales africaines.

Références

1. Dufaure C, Chevalier B, Andrieu J. Transfert de procédé et transposition d'échelle en industrie pharmaceutique. Tech Ing. 2007, J2425.
2. ICH Q8(R2) Pharmaceutical Development. International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use, 2008.
3. Dofuor AK, Kumatia EK, Chirawurah JD, Ayertey F. Antiplasmodial, Antitrypanosomal, and Cytotoxic Effects of *Anthonotha macrophylla*, *Annickia polycarpa*, *Tieghemella heckelii*, and *Antrocaryon micraster* Extracts. Adv Pharmacol Pharm Sci;2022:9195753.
4. Zhang, QW., Lin, LG. and Ye, WC. Techniques for extraction and isolation of natural products: a comprehensive review. *Chin Med* 13, 20 (2018)
5. Adrian Nisca and Corneliu Tanase. Approaches to Extracting Bioactive Compounds from Bark and Stem of Medicinal Plants: A Review. *Plants*,2025 :14 (18), 2929
6. George N. Anosa , Rita I. Udegbunam, Josephine O. Okoro , Obianuju N. Okoroafor. In vivo antimalarial activities of *Enantia polycarpa* stem bark against *Plasmodium berghei berghei* in mice. *Journal of Ethnopharmacology*, 2014 : 153(2), 531-534
7. Jang, E. H., Park, J., Ierapetritou, M. Model-based scale-up methodologies for pharmaceutical granulation and process design. *Pharmaceutics*, 2020 : 12(5), Article 453.
8. Farid Chemat, Maryline Abert Vian, Giancarlo Cravotto. Green Extraction of Natural Products: Concept and Principles. *Int. J. Mol. Sci.* 2012, 13(7), 8615-8627.
9. Gallina, L., Cravotto, G., Capaldi, G., & Grillo, G. (2022). Plant extraction in water: Towards highly efficient industrial applications. *Processes*, 10(11), Article 223.

10. Conseil de l'Europe. Pharmacopée Européenne. 9e éd. Strasbourg : Direction européenne de la qualité du médicament ; 2018.
11. Organisation de Coopération et de Développement Économiques (OCDE). Ligne directrice 105: Solubilité aqueuse. 1995.
12. Levin M. Pharmaceutical Process Scale-Up. 3rd ed. Boca Raton : CRC Press ; 2016.
13. Aulton ME, Taylor KMG. Aulton's Pharmaceutics: The Design and Manufacture of Médecines. 5th ed. Amsterdam : Elsevier ; 2017.
14. Veggi PC, Meireles MAA, Marques MOM. Fundamentals of Extraction. In: Clark S, Jung S, Lamsal B, editors. Food Processing: Principales and Applications. 2nd ed. Hoboken: John Wiley & Sons; 2012. p. 143–160.
15. Handa SS, Khanuja SPS, Longo G, Rakesh DD. Extraction Technologies for Médicinal and Aromatic Plants. Trieste: International Centre for Science and High Technology; 2008.
16. Sutherland K. Filters and Filtration Handbook. 5th ed. Amsterdam : Elsevier ; 2008.
17. Perry RH, Green DW. Perry's Chemical Engineers' Handbook. 8th ed. New York: McGraw-Hill ; 2008.
18. Lachman L, Lieberman HA, Kanig JL. The Theory and Practice of Industrial Pharmacy. 4th ed. Mumbai: Varghese Publishing House; 2013.
19. Mujumdar AS. Handbook of Industrial Drying. 4th ed. Boca Raton : CRC Press ; 2014.
20. ICH Harmonised Tripartite Guideline. Q8(R2) : Pharmaceutical Development. 2009.
21. Prescott JK, Barnum RA. On powder flowability. Pharm Technol. 2000;24(10):60-84.