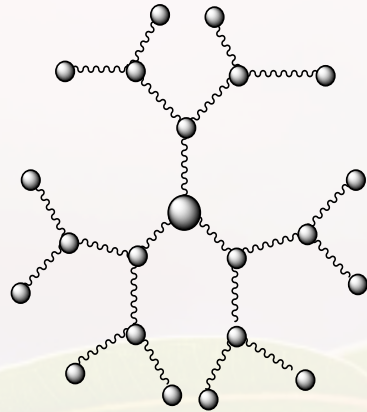


UTILISATION DE GLYCERODENDRIMÈRE POUR L'ENCAPSULATION D'HUILES ESSENTIELLES AVEC UN RELARGAGE LENT ADAPTÉ AUX HERBICIDES BIOSOURCÉS

Chloé Maes

Plan



1. Contexte

2. Synthèses

a) GD-PAMAM

b) GD-PPI

c) GAD

d) GCD

3. Encapsulations

4. Interactions

5. Essais biologiques

1. Contexte

Les huiles essentielles ont **naturellement** des propriétés herbicides, insecticides, fongicides mais celles-ci sont très **volatiles**

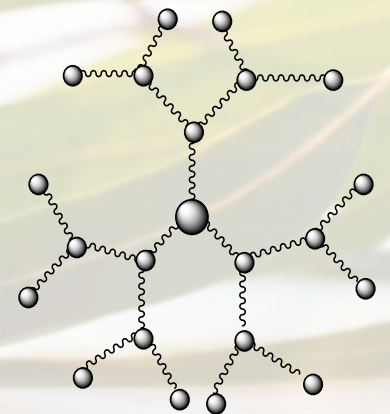
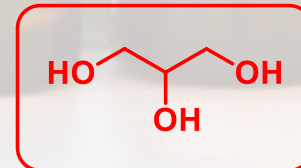
→ Augmenter leurs performances: ***encapsulation avec relargage lent***

* Innovation : utilisation des **dendrimères** comme matrices encapsulantes

* But : Créer des pesticides **biosourcés**



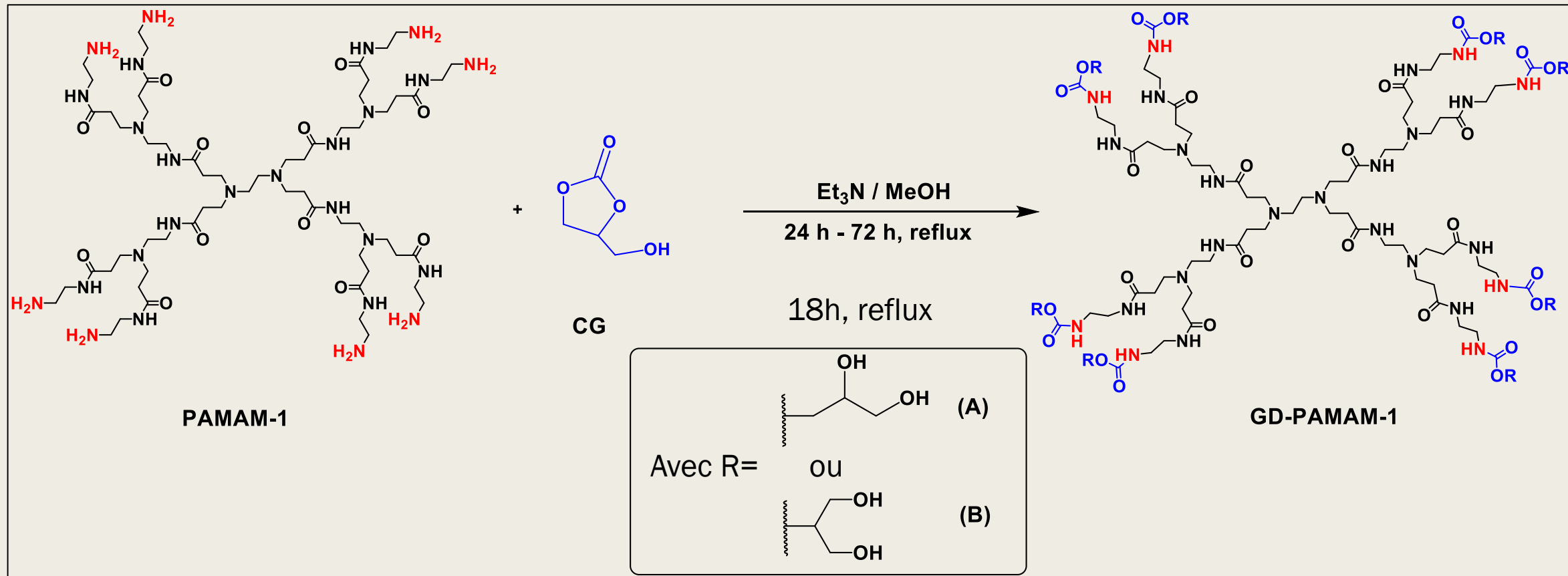
→ synthèse de dendrimères à partir de **glycérol**



2. Synthèse

a) GD-PAMAM

Décoration de dendrimères commerciaux – PAMAM (PolyAmidoAmine)

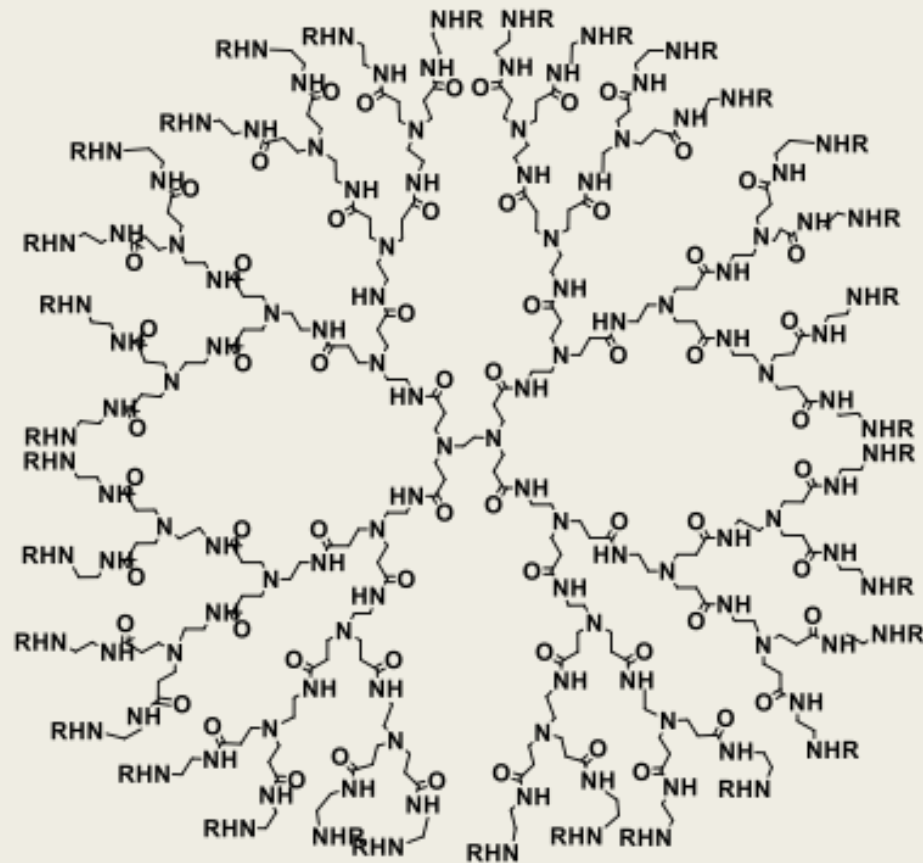


Menot, B., Stopinski, J., Martinez, A., Oudart, J. B., Maquart, F. X., & Bouquillon, S. (2015) Tetrahedron, 71(21), 3439–3446.

2. Synthèse

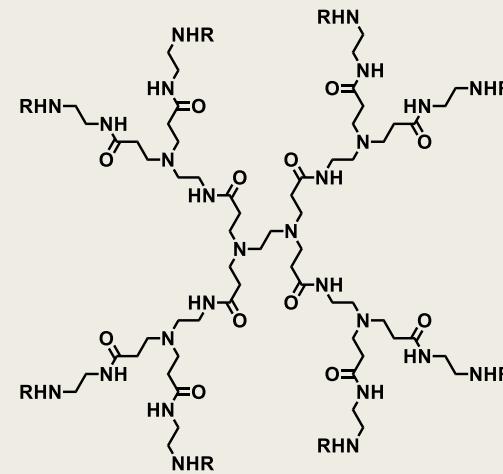
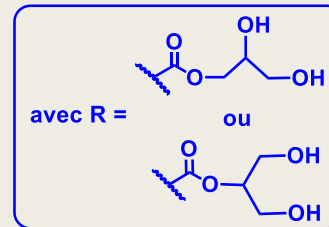
a) GD-PAMAM

4 générations



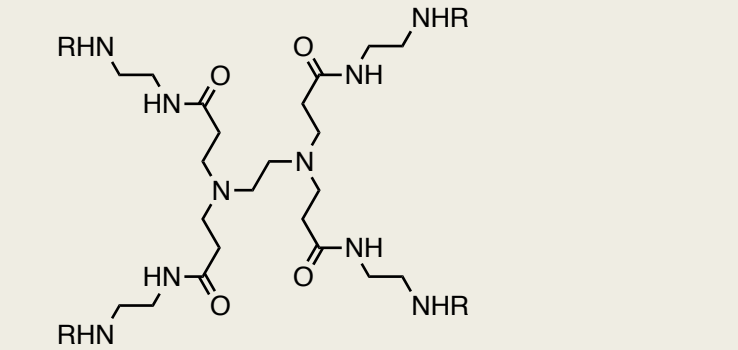
GD-PAMAM-3

Rdt: 93%



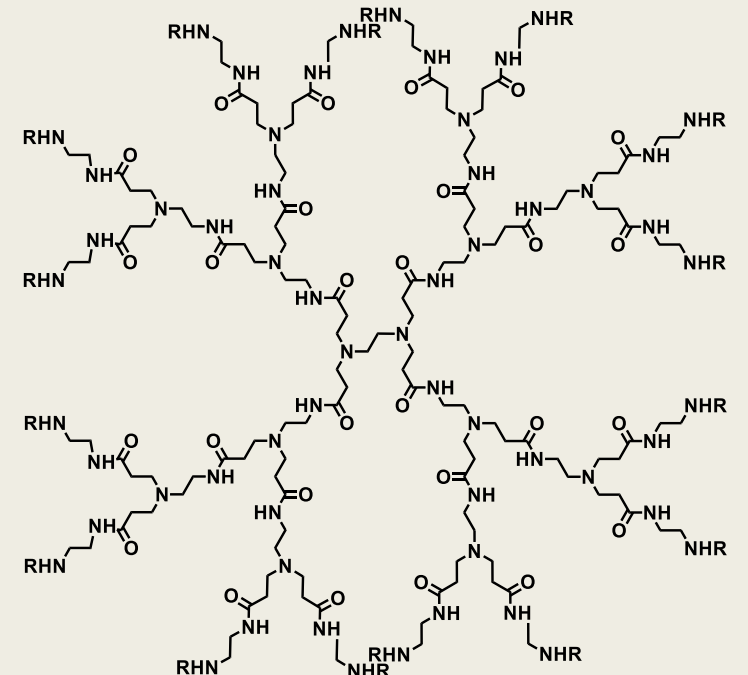
GD-PAMAM-1

Rdt: 92%



GD-PAMAM-0

Rdt: 91%



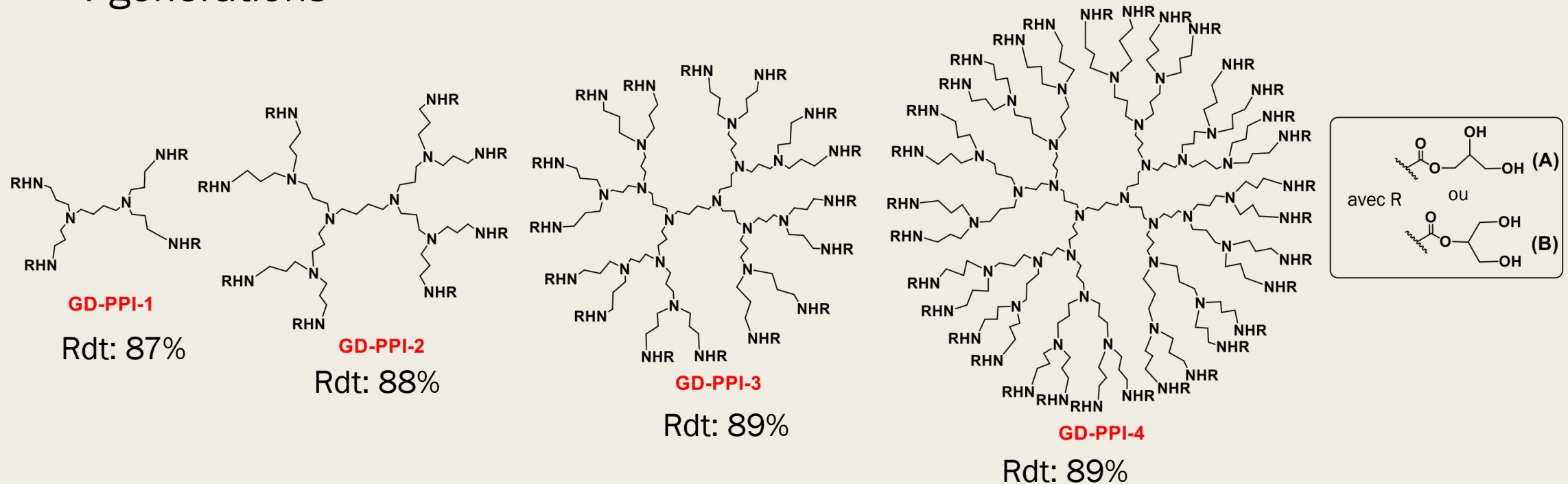
GD-PAMAM-2

Rdt: 91%

2. Synthèse

b) GD-PPI (glycerodendrimère PolyPropylenImine)

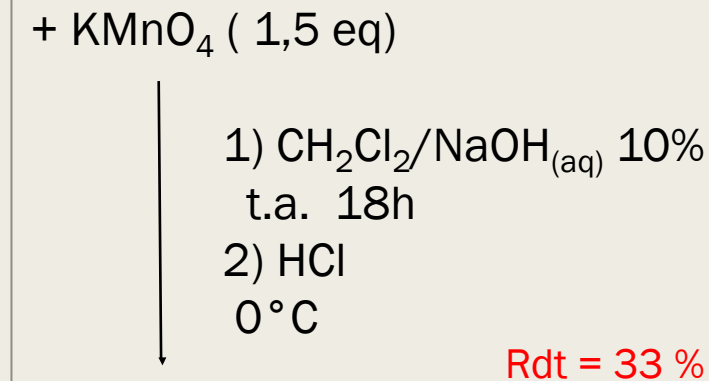
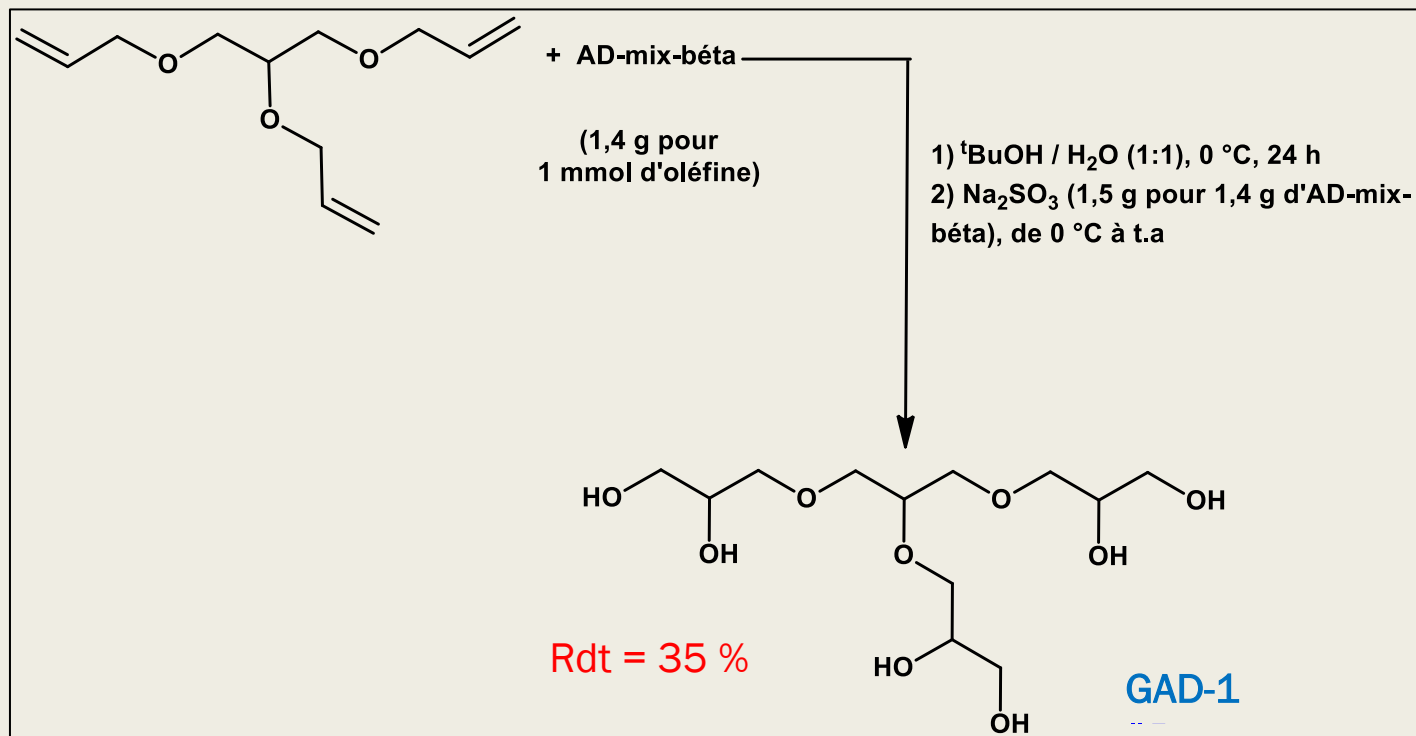
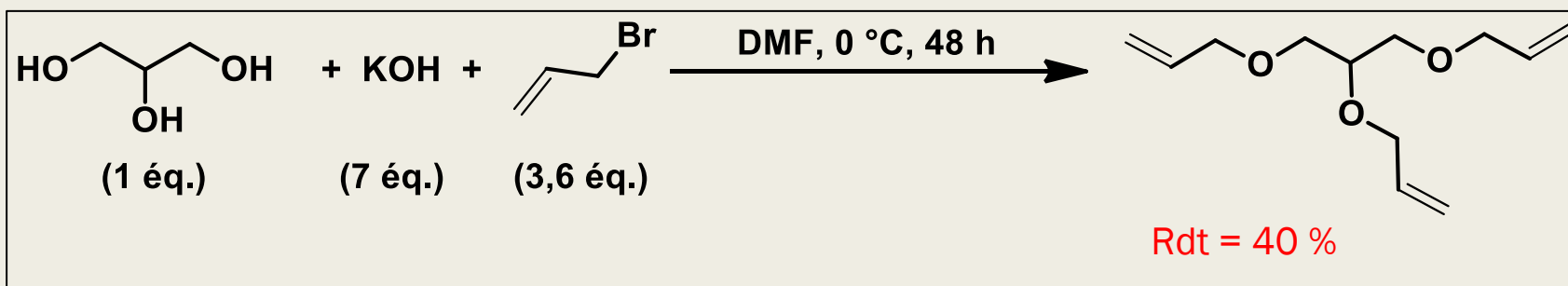
4 générations



2. Synthèse

c) Synthèse de GlycerolADendrimères (GAD)

allylation/oxydation du glycérol

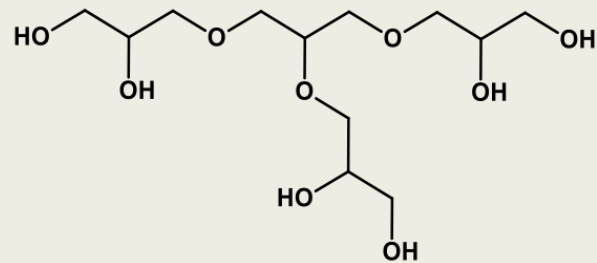


Demande de brevet FR déposée le 26/07/2018
sous le numéro FR1856989 déposée au nom
de l'Université de Reims Champagne Ardenne
S. Bouquillon, S. Hayouni, B. Menot

2. Synthèse

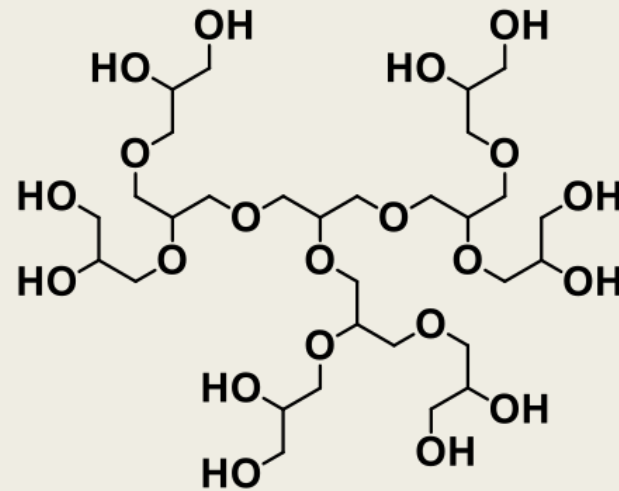
c) GlycerolADendrimères (GAD)

3 générations



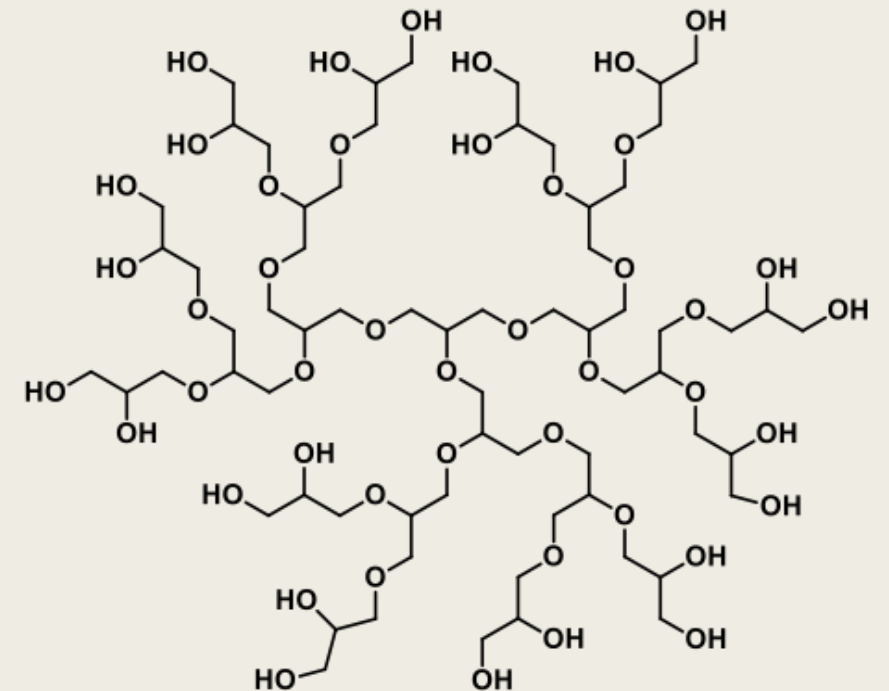
GAD-1

Rdt: 40%



GAD-2

Rdt: 69%



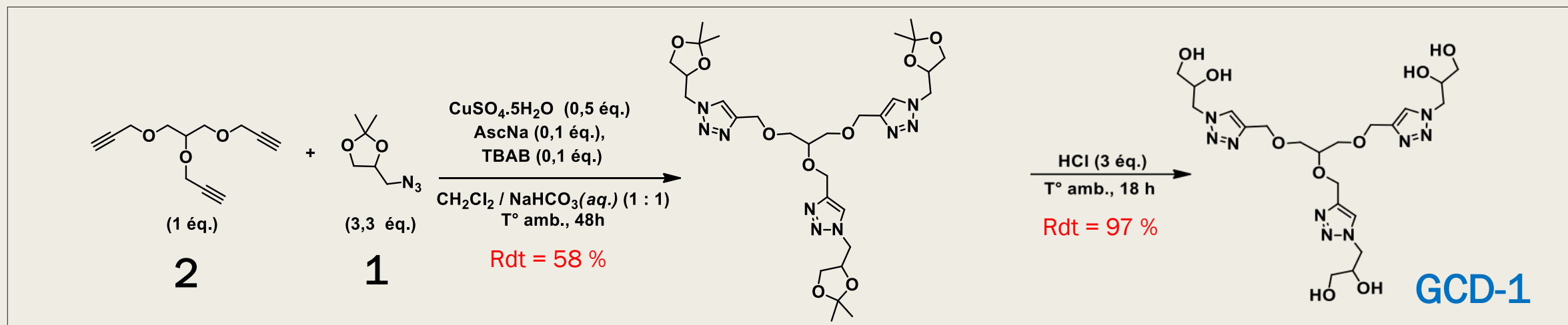
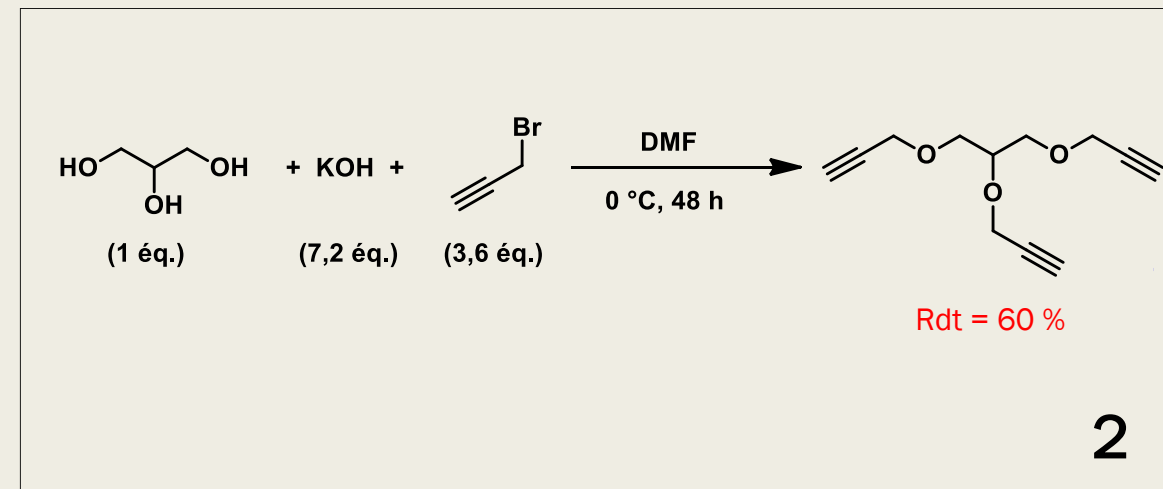
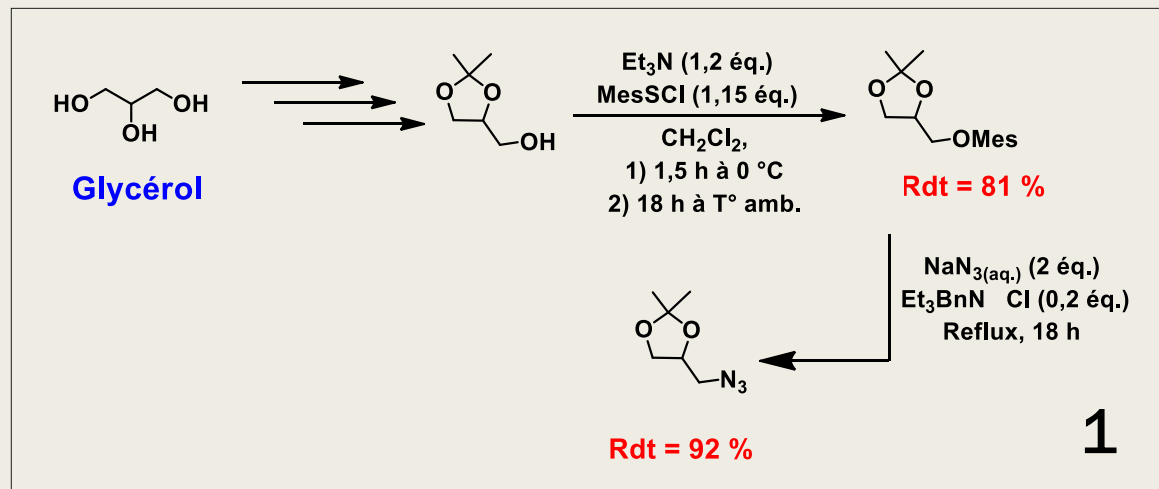
GAD-3

Rdt: 53%

2. Synthèse

d) GlyceroClickDendrimères (GCD)

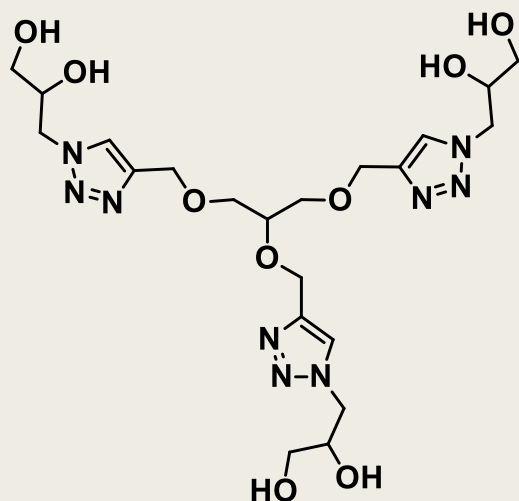
« Click chemistry »



2. Synthèse

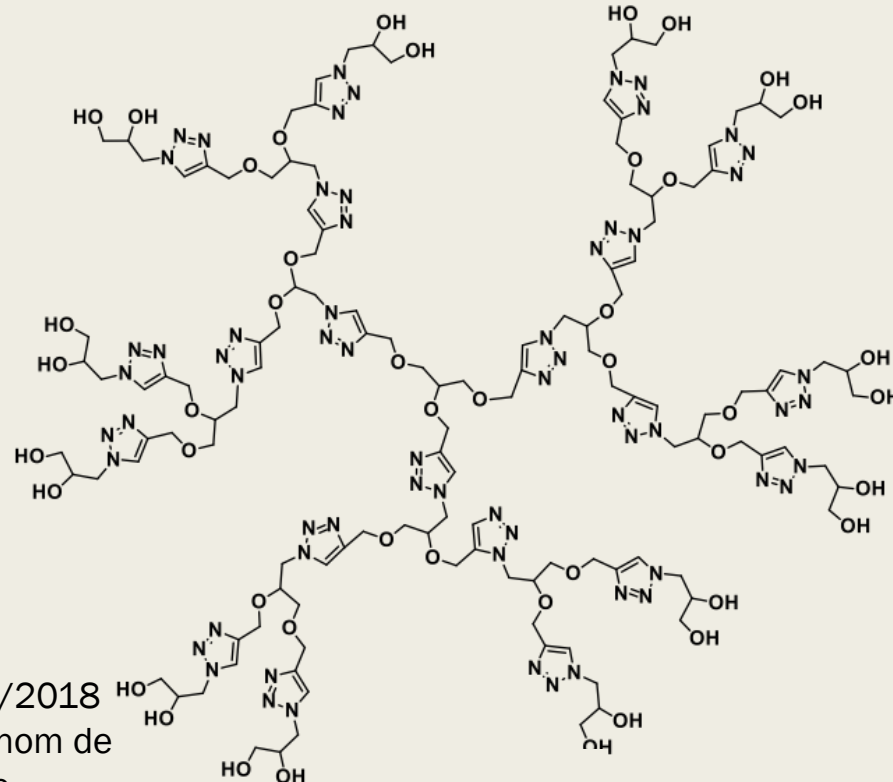
d) GlycerolClickDendrimères (GCD)

3 générations



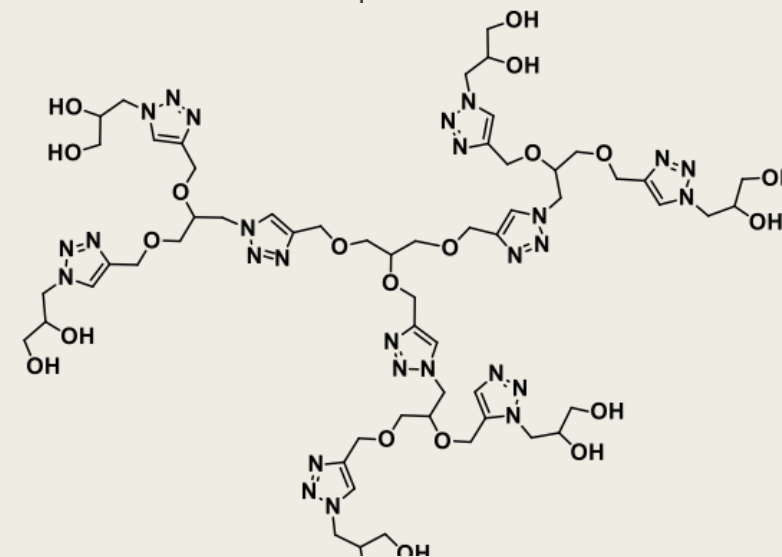
GCD-1

Rdt = 58 %



GCD-3

Rdt = 52 %



GCD-2

Rdt = 72 %

Demande de brevet FR déposée le 26/07/2018
sous le numéro FR1856990 déposée au nom de
l'Université de Reims Champagne Ardenne.

S. Bouquillon, S. Hayouni, B. Menot

Structures des huiles essentielles

Huile essentielle de cannelle de ceylan



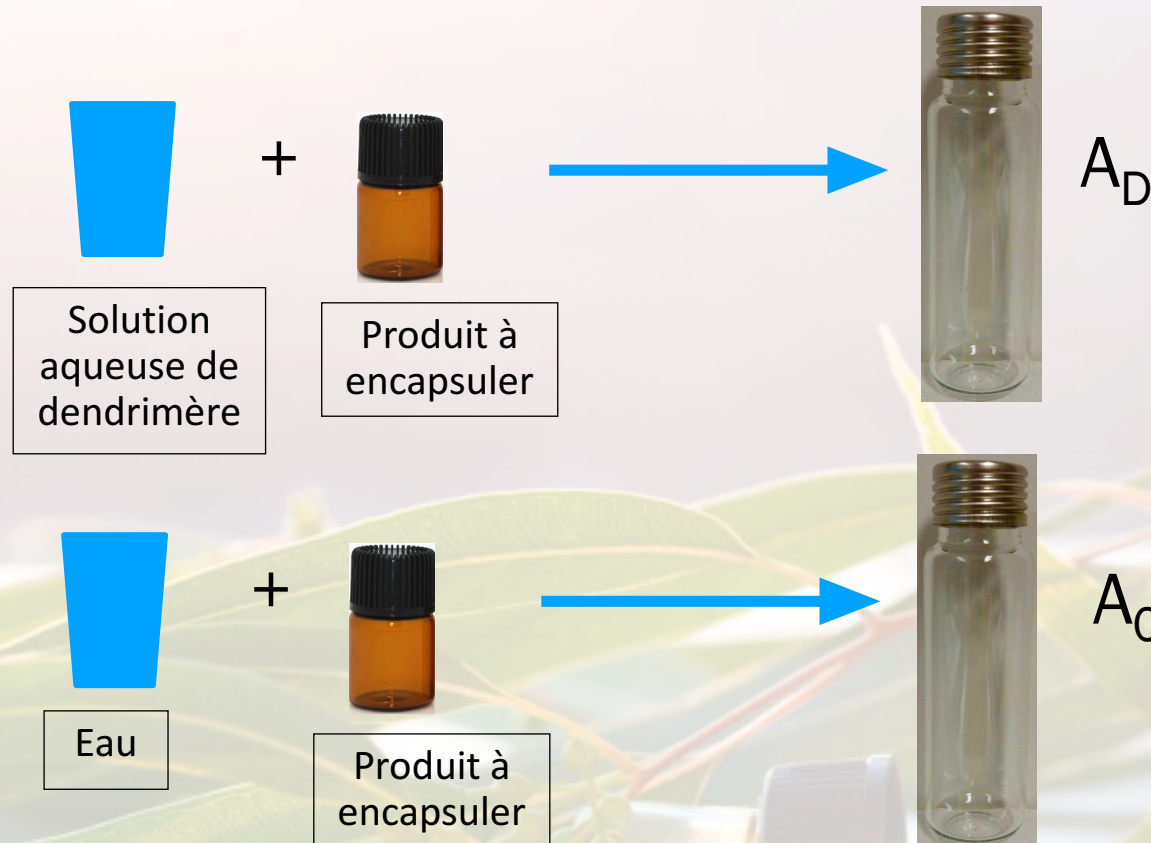
Trans cinnamaldéhyde	<chem>O=C/C=C/c1ccccc1</chem>	85%
Acétate de cinnamyle	<chem>CC(=O)OCC=C/c1ccccc1</chem>	7%

Huile essentielle de citronnelle

Citronellal	<chem>CC(C)=CC(C)CC=O</chem>	45%
Géraniol	<chem>CC(C)=CC(C)CC(O)C</chem>	30%
Citronellol	<chem>CC(C)=CC(C)CCO</chem>	18%
Limonène	<chem>CC1=CC(C)C(C=C1)C=C</chem>	< 10%
Citral	<chem>CC(C)=CC(C)CC=O</chem>	< 10%

3. Encapsulation

Méthode: En solution (mesure DHS-GC-MS)



Analyse par DHS-GC-MS:

Rendement total de rétention:

$$r (\%) = \left(1 - \frac{\sum A_D}{\sum A_0} \right) \times 100$$

A_D : aire sous la courbe avec dendrimère

A_0 : aire sous la courbe sans dendrimère

3. Encapsulation

<u>Produit encapsulant</u>	<u>Tr. (%) - HE Citronnelle</u>	<u>Tr. (%) - HE Canelle</u>
<i>Dendrimères</i>		
GD-PAMAM-0	9,83 +/- 0,44	12,17 +/- 0,41
GD-PAMAM-1	6,49 +/- 0,72	29,01 +/- 0,68
GD-PAMAM-2	24,88 +/- 4,80	38,84 +/- 0,57
GD-PAMAM-3	20,39 +/- 2,38	32,97 +/- 1,13
GD-PPI-1	/	24,35 +/- 4,23
GD-PPI-2	3,09 +/- 1,95	14,15 +/- 3,77
GD-PPI-3	26,65 +/- 5,77	25,99 +/- 4,36
GD-PPI-4	10,55 +/- 3,53	24,21 +/- 3,95
GlycéroClickdend-1	/	13,67 +/- 1,57
GlycéroClickdend-2	/	9,37 +/- 2,54
GlycéroClickdend-3	/	/
GlycéroAdend-1	3,89 +/- 1,27	16,23 +/- 5,30
GlycéroAdend-2	/	23,38 +/- 2,85
GlycéroAdend-3	8,28 +/- 1,45	/

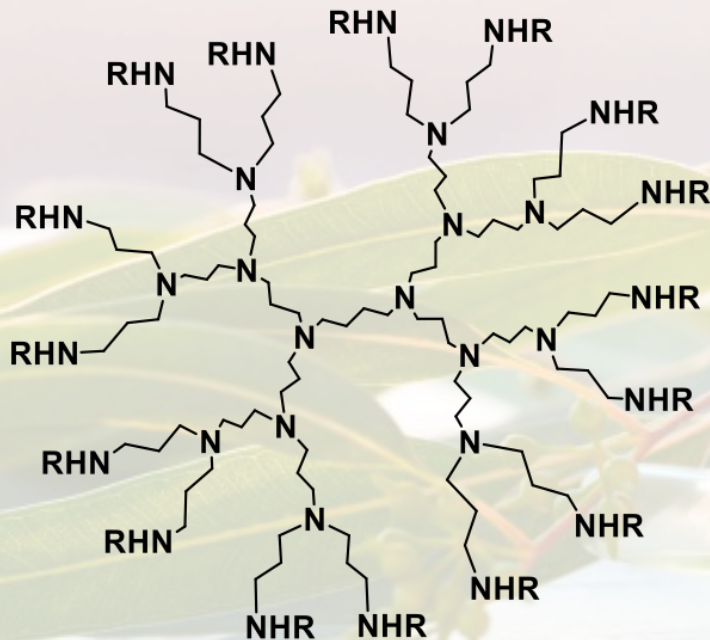
➤ Sélection des meilleurs candidats

4. Interactions

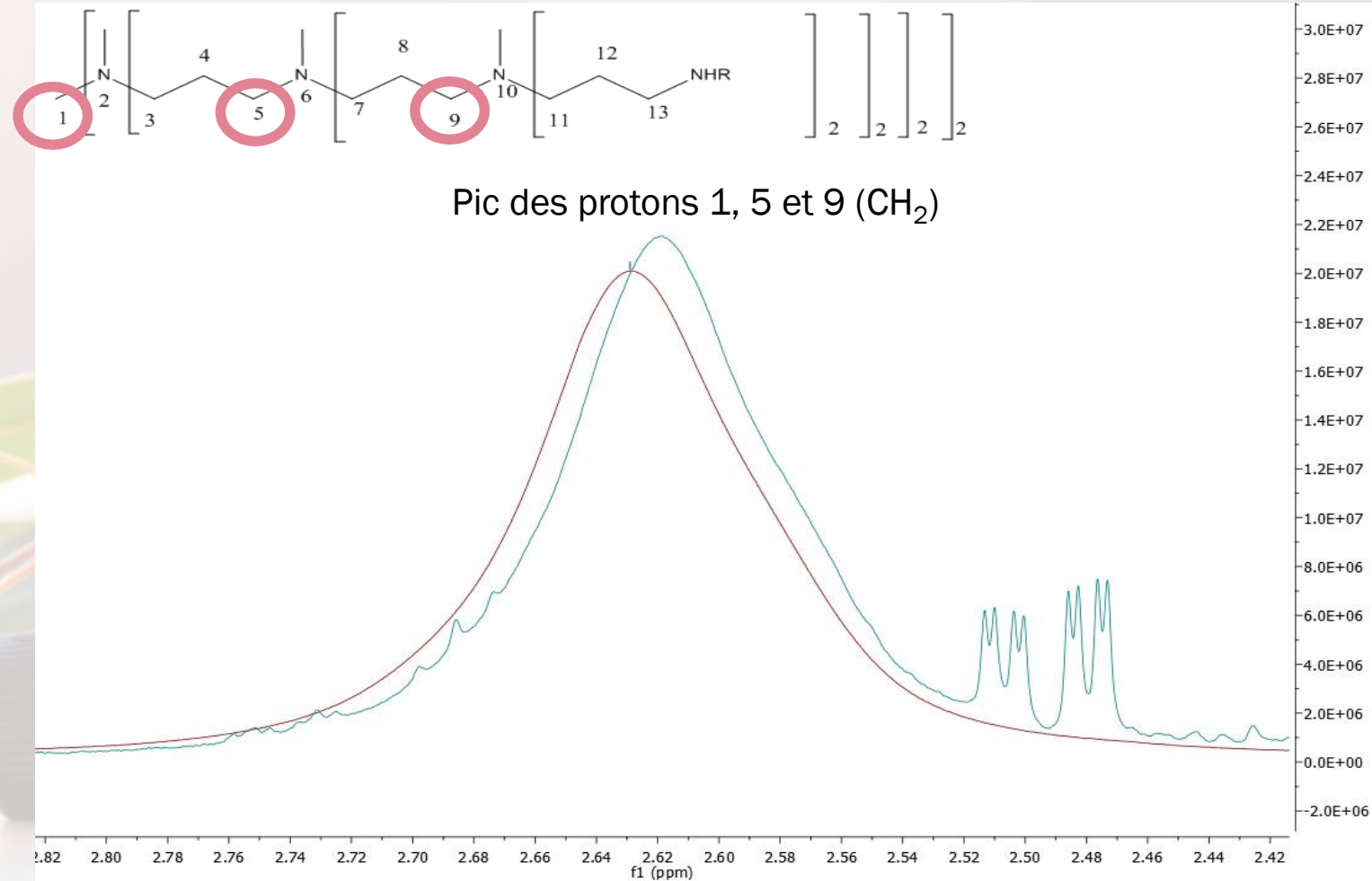
■ RMN ^1H 600 MHz

Premiers résultats

- GD-PPI-3 + HE cannelle : shifts
- GD-PPI-3 + HE citronnelle : shifts
- GD-PAMAM-2 + HE cannelle : rien
- GD-PAMAM-2 + HE citronnelle : rien



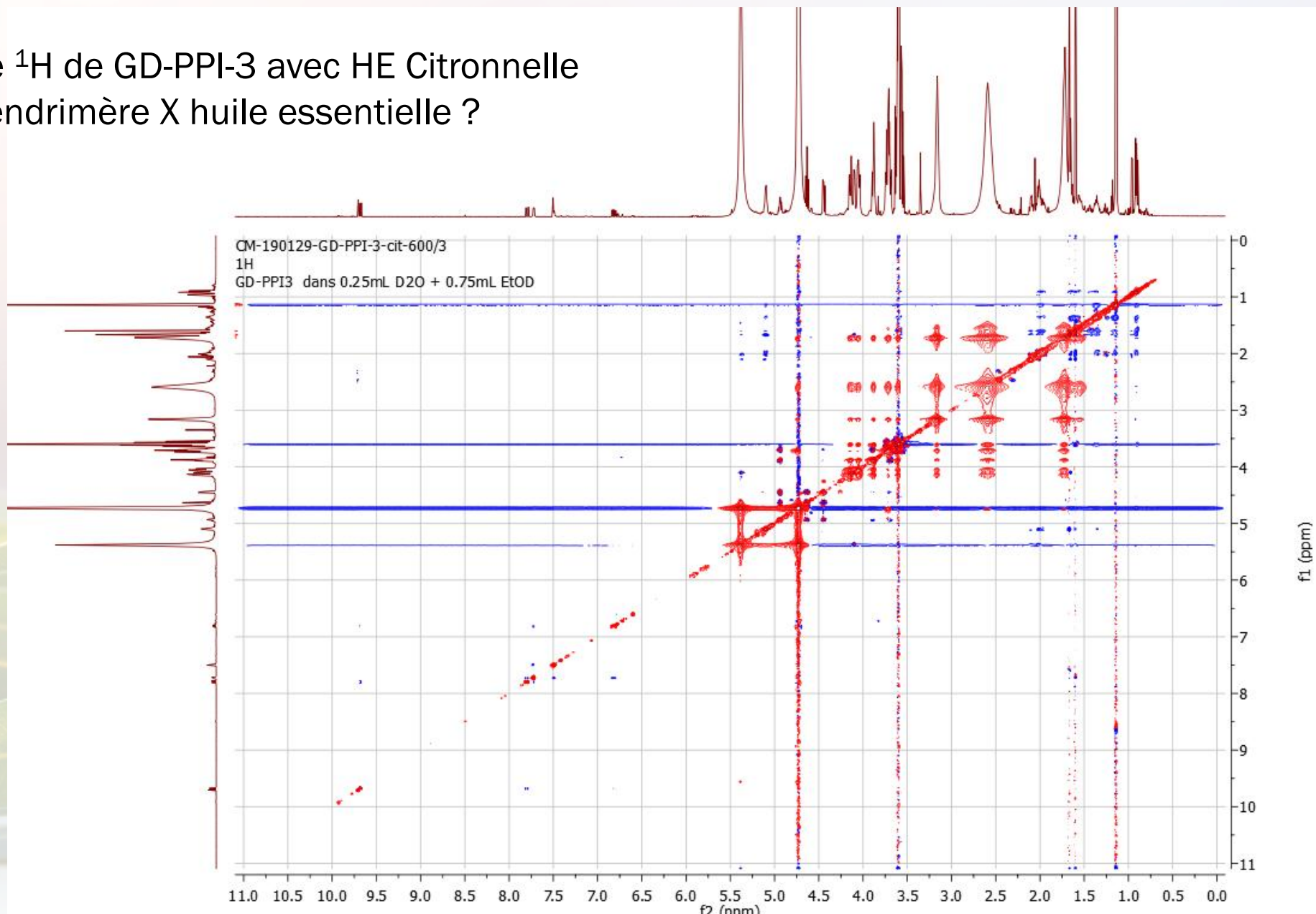
Exemple: Superposition ^1H de GD-PPI-3 seule (rouge) et GD-PPI-3 ayant encapsulé l'huile essentielle de citronnelle (bleu)



4. Interactions

■ RMN NOESY

Spectre ^1H de GD-PPI-3 avec HE Citronnelle
Spot dendrimère X huile essentielle ?



5. Essais biologiques

■ Inhibition de germination de graines d'*Arabidopsis thaliana* (milieu clos)

Mode opératoire:

- Dans une boîte de pétri, disposer un filtre papier puis 10 graines d'*A. thaliana*.
- Ajouter 2 mL de solution active *
 - * *dendrimère en solution aq à 2 mM*
 - + 1% Tween 20 (*tensioactif permettant une très fine émulsion des HEs dans l'eau*)
 - + 3 mg HE
- Fermer la boîte « hermétiquement » et mettre en culture dans une chambre 16/8 à 20°C pendant 5 jours

Inhibition de la germination (-)



Germination (+)



	<i>A. thaliana</i>
HE citronnelle	-
HE cannelle	-
GD-PPI-3	+
GD-PAMAM-2	+
GD-PPI-3 + HE citronnelle	-
GD-PAMAM-2 + HE citronnelle	-
GD-PPI-3 + HE cannelle	-
GD-PAMAM-2 + HE cannelle	-
H ₂ O	+
Tween 20 (tensioactif)	+

6. Conclusions et perspectives



Synthèse de 4 dendrimères biosourcés

Encapsulations

Efficacité herbicide



Analyses interactions:

- RMN NOESY : concentration HE, température, produits isolés
- IR

Chloé Maes
chloe.maes@univ-reims.fr

Merci de votre attention

