

TIPE Rapport Final

En mars, les objectifs de mon TIPE étaient les suivants : m'intéresser à une nouvelle technique expérimentale permettant d'extraire de l'huile essentielle de lavande et de montrer que cette méthode est optimale par rapport à une extraction dite classique. Cette technique expérimentale d'extraction, appelée sonication, est basée sur l'utilisation d'ultrasons via un bain à ultrasons.

Or, après de nombreuses expériences, les résultats n'étaient pas suffisamment concluants. En effet, le protocole initial (qui consistait à effectuer une extraction à l'aide d'une ampoule à décanter de la solution lavande/eau obtenue après préparation pendant 30min au bain à ultrasons) permettait d'obtenir de la "cire" de lavande et non de l'huile. Même si cette cire était purement composée de lavande (composition validée par spectrométrie de masse où tout les éléments de lavande pure étaient présents) ce protocole ne donnait pas la forme désirée du produit c'est-à-dire de l'huile. J'ai alors décidé d'orienter mon TIPE vers l'extraction assistée par ultrasons d'huile essentielle de lavande. Par conséquent, cela modifie quelques peu mes objectifs initiaux ; désormais le but de mon TIPE est de montrer que une extraction assistée par ultrasons donne de meilleurs résultats qu'une extraction dite classique, c'est-à-dire l'hydrodistillation.

Mon TIPE s'organisera autour de la comparaison de l'hydrodistillation et de l'extraction assistée par ultrasons. Désormais, on comparera une hydrodistillation classique et une deuxième hydrodistillation où le mélange eau/lavande aura été préalablement préparé par les ultrasons. C'est là que réside le changement de mes objectifs : les ultrasons sont désormais utilisés pour préparer un mélange afin d'effectuer une hydrodistillation et non pour extraire directement. Afin d'obtenir des résultats plus probants, la même quantité d'eau et de lavande sera utilisée dans les deux expériences. Bien entendu, les expériences seront accompagnées par de la théorie sur les ultrasons afin d'expliquer leur efficacité dans l'extraction de l'huile essentielle de lavande. Il est également important de valider cette technique d'un point de vue industriel en pensant rendement et coût, mais sans oublier l'aspect chimie verte car pour confirmer une quelconque utilité il faut que cette méthode s'inscrive dans la dynamique de la chimie moderne c'est-à-dire concernée par l'environnement.

D'un point de vue théorique, les principaux effets des ultrasons dans un milieu liquide sont attribués aux phénomènes de cavitation qui sont dus à des processus physiques qui créent, agrandissent et implosent des micros bulles de gaz dissoutes dans le liquide. La vague d'ultrasons induit un déplacement longitudinal des molécules du liquide, agissant comme un piston sur la surface, créant une succession de phases de compression et de détente. Ces fluctuations de pression créent des millions de bulles microscopiques (cavités) provoquées par les pressions négatives produites par l'étape de détente. Pendant que les cavités sont exposées aux pressions positives, dues à l'étape de compression, elles oscillent et leur taille augmente jusqu'à atteindre une taille instable (jusqu'à 100 microns de diamètre). Lors de l'implosion de très hautes températures (environ 5 000C) et pressions (environ 2, 000atm) sont accessibles localement. L'énergie cumulative produite par ce phénomène de cavitation est extrêmement forte et produit des forces de cisaillement intenses qui détruisent les parois cellulaires de la plante et son contenu sera libéré dans le milieu : c'est cette étape qui joue un rôle clé dans la préparation du mélange.

D'un point de vue expérimental, 20 grammes de lavande et 200mL d'eau seront mis pendant 30 min dans le bain à ultrasons; une fois ce temps écoulé le mélange obtenu est transvasé dans un ballon qui sera le support d'une hydrodistillation classique. Le produit obtenu (mélange d'hydrolat et d'huile) après 25 min d'expérience sera précisément mesuré à l'aide d'une éprouvette. On effectuera ensuite une extraction, à l'aide d'une ampoule à décanter, avec de l'éther afin de séparer la phase organique (contenant l'huile et l'éther) et la phase aqueuse (contenant principalement l'hydrolat). Finalement l'évaporateur rotatif permettra d'éliminer toute trace d'éther et d'obtenir l'huile essentielle de lavande. Pour l'hydrodistillation classique, le protocole est exactement le même, l'unique différence réside dans le fait que les 20 grammes de lavande et les 200mL d'eau sont directement mis dans le ballon ; il n'y a pas de préparation aux ultrasons.

On obtient les résultats suivants :

Pour l'hydrodistillation simple:

-On récupère 72ml d'hydrodistillat au bout de 25 minutes, soit après extraction 0,67g d'huile essentielle de lavande (rendement de 3.35%).

Pour l'hydrodistillation assistée par ultrasons :

- On récupère 72mL d'hydrodistillat en seulement 16 minutes et en 25 minutes 134mL d'hydrodistillat.
- Après extraction on obtient une masse de 1,42g d'huile essentielle de lavande soit un rendement de 7,1%.

Les résultats sont concluants, on obtient plus du double d'huile essentielle avec la méthode assistée par les ultrasons pour la même quantité de réactifs et le même temps d'expérience.

A l'échelle du laboratoire la différence de résultats ne semble pas très importante mais en industrie le facteur deux peut devenir très important. On notera également que le bain à ultrasons au bout de 30 minutes permet d'atteindre une température de 61 degrés et que la température d'ébullition nécessaire à l'hydrodistillation est celle de l'eau soit 100 degrés. On comprend donc que les ultrasons permettent non seulement la libération du matériel végétal mais pré-chauffent également le mélange. Ainsi, on se doute bien que les bains à ultrasons industriels plus grands et plus puissants permettront d'effectuer l'hydrodistillation "directement" c'est-à-dire en portant le mélange à 100 degrés. D'un point de vue de la chimie verte, on peut citer une amélioration du rendement énergétique, une économie d'atomes et l'amélioration de l'extraction des composés sensibles à la chaleur.

L'ensemble de ces recherches et de ces expériences permettent donc d'apporter une réponse à la problématique posée : l'extraction assistée par ultrasons est définitivement plus optimale qu'une extraction dite classique grâce au facteur deux obtenu entre les deux rendements. Ces résultats sont très encourageants et permettent de valider l'éco-extraction.