



**38^e
Olympiades
Nationales
de la Chimie**

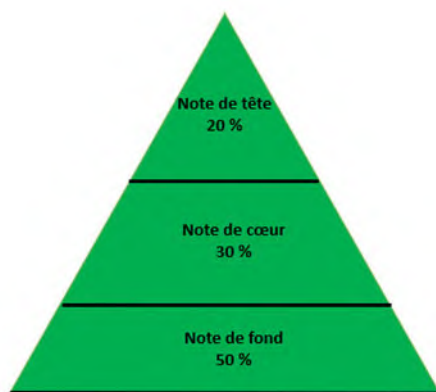
Epreuve collaborative 2022

« Voyez-vous, un parfum éveille la pensée. »

- 1. Expliquer de manière détaillée et schématique le fonctionnement des différentes méthodes d'extraction d'une molécule odorante apolaire. Une étude comparative qualitative de ces techniques est attendue.**
- 2. Vous souhaitez lancer votre produit cosmétique : un parfum d'été avec, pour note de fond, une senteur d'agrumes. Pour cela, vous devez présenter votre marque, votre stratégie marketing et votre projet à une équipe de potentiels investisseurs, qui attendent une étude chiffrée incluant le coût du produit fini.**

DOCUMENT 1 Parfum, chimie et création

D'après Xavier Fernandez, Sylvain Antoniotti, Eric Bussoti et Marie-Patricia Hurel, *Actualité Chimique* (2008) 323-324, p. 42-51



tête, de cœur et de fond. Les produits les plus volatils sont les notes de tête. Les produits moins volatils qui viennent après sont les notes de cœur et ceux qui ont peu de volatilité viennent en dernier et correspondent aux notes de fond qui persisteront le plus longtemps sur la peau. On peut nuancer cette structure par la différence de chaque nez vis-à-vis d'une odeur.

Le parfum est un produit fascinant dont la création associe l'art, des connaissances empiriques et la science. L'examen de l'histoire du parfum à travers les siècles montre le rôle capital joué par la chimie. L'obtention de solvants purs mais surtout la mise à disposition de composés odorants synthétiques a complètement bouleversé la parfumerie pour conduire aux parfums modernes.

Le terme parfum désigne un produit bien précis, obtenu par dilution d'un concentré de parfum ou jus dans de l'alcool éthylique à 90°. Il s'agit d'un mélange de substances parfumées choisies et mesurées selon des proportions telles qu'elles créent d'agréables sensations olfactives.

La représentation de Carles de la structure d'un parfum est un triangle divisé horizontalement en trois parts qui représentent les notes de

| | Concentration | Tenue | Alcool | V _{parfumage} | V _{alcool} |
|-----------------|---------------|-------------|--------|------------------------|---------------------|
| Parfum | 30 % | 1 à 3 jours | 90° | 15 mL | 35 mL |
| Eau de parfum | 20 % | 1 jour | 90° | 10 mL | 40 mL |
| Eau de toilette | 12 % | 3 à 5 h | 90° | 6 mL | 44 mL |
| Eau fraîche | 8 % | 1 à 2 h | 60° | 4 mL | 46 mL |

Pour formuler son concentré de parfum, le parfumeur dispose de deux grandes familles de matières premières : les produits naturels et les composés synthétiques. Différents extraits d'origine végétale et animale peuvent entrer dans la formule d'un parfum : les extraits obtenus par hydrodistillation nommés huiles essentielles et ceux obtenus par extraction à l'aide d'un solvant organique nommés concrète, absolu, résinoïde ou oléorésine. Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de plusieurs dizaines à centaines de composés volatils solubles dans l'éthanol. Les concrètes sont des mélanges très complexes de composés volatils et non volatils.



A l'heure actuelle, le parfumeur dispose communément de plus d'une centaine de matières premières naturelles en provenance de pays répartis sur les cinq continents. En complément, il dispose d'une grande quantité de matières premières synthétiques issues de la chimie organique : identifiés au préalable dans la nature, composés originaux issus de l'imagination du chimiste ou d'opportunités de synthèse.

Il faut souvent entre 40 et 80 matières premières pour réaliser une composition. Pour créer une composition harmonieuse, le parfumeur doit formuler plusieurs de ces matières premières dans des proportions qu'il modifiera au fil des essais. Dans son travail, il doit tenir compte du processus d'évaporation du parfum et son influence sur l'odeur, et de son interaction avec la peau. Il est passionnant de se pencher sur l'évolution des notes olfactives au cours du siècle précédent, directement liée à l'apparition de nouveaux produits dans l'orgue du parfumeur, autant naturels que synthétiques.

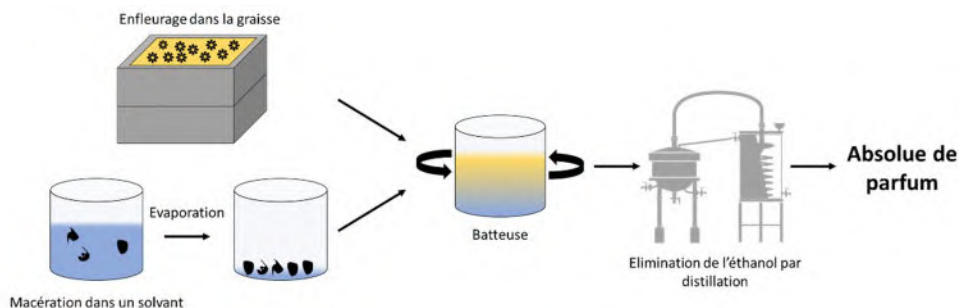
DOCUMENT 2 Evolution des méthodes d'extraction

D'après Eduscol, Emeric Benetaud, 2011

L'absolu de parfum et l'huile essentielle sont les extraits les plus précieux de la matière végétale (issue d'une graine, d'une fleur, d'une écorce, bois ou racine). À la différence de l'huile essentielle qui est récupérée par hydrodistillation, l'absolu, quant à lui, est obtenu grâce à l'extraction par des solvants organiques volatils ou par des graisses. Certaines plantes n'abandonnent pas facilement leur huile essentielle, c'est pour cela que la distillation n'est pas toujours possible. L'huile essentielle est généralement plus chère que l'absolu car le processus de fabrication demande plus de matières végétales mais aucune trace de solvants résiduels ni de graisse ne peut être retrouvée dans l'huile.

La macération est un processus utilisé pour obtenir des essences animales ou végétales. La matière première est immergée dans un solvant organique volatil, à température ambiante pendant 4 à 8 semaines afin d'extraire les molécules odorantes. Le solvant est ensuite évaporé et laisse au fond de la cuve un mélange pâteux, composé des molécules odorantes, des cires, ... appelé concrète. Cette pâte est lavée plusieurs fois à l'alcool dans des batteuses pour dissoudre les molécules odorantes et filtrée pour éliminer les cires. Pour finir, le mélange alcoolique est distillé sous pression réduite pour donner l'absolu tant recherché.

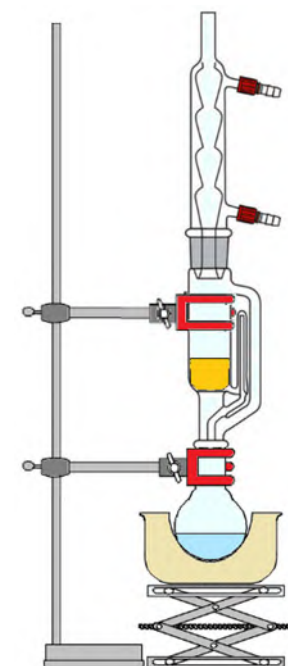
L'enfleurage est une méthode utilisée depuis l'Antiquité et qui consiste à faire passer une substance odorante dans de la graisse. Il existe deux types d'enfleurage, à chaud et à froid. Sur les deux faces en verre d'un châssis, une graisse inodore est étalée. Les fleurs fraîches sont ensuite déposées sur la graisse. Durant ce temps de pose, les molécules odorantes lipophiles passent dans la graisse. Les fleurs sont remplacées tous les jours, et ce pendant trois mois. Lors de l'enfleurage à chaud ce processus est accéléré en chauffant la graisse. A la fin de cette période, la graisse est récupérée et placée dans une batteuse. Les mouvements de rotation permettent la libération des molécules odorantes qui se dissolvent dans l'éthanol. Le mélange obtenu est filtré puis distillé pour éliminer l'alcool et obtenir l'absolu.



L'hydrodistillation ou entrainement à la vapeur est une technique permettant d'extraire une espèce présente dans un solide (souvent des huiles essentielles présentes dans des fleurs, fruits ou plantes). Le montage est le même que celui d'une distillation simple.

On moule en général la matière première puis on l'introduit dans un ballon à fond rond avec de l'eau et des billes de verres ou bien de la pierre ponce. On élève la température du milieu avec un chauffe-ballon placé sur un support élévateur. On vérifie la température des vapeurs formées avec le thermomètre. La température doit être inférieure à la température d'ébullition de l'eau, signe que les vapeurs sont composées d'un mélange d'eau et d'huile essentielle. Les vapeurs sont ensuite condensées dans le réfrigérant à eau pour obtenir un distillat composé d'huile essentielle et d'eau.

Une autre méthode consiste en l'utilisation d'un **extracteur de Soxhlet**, ce qui revient à faire de manière simple et rapide plusieurs macérations à chaud. Le solvant extracteur est placé dans un ballon à fond rond, sur un agitateur magnétique chauffant, surélevé à l'aide d'un support élévateur. Les vapeurs de solvant passent dans le tube de distillation, puis se condensent dans le réfrigérant à boules et tombent sous forme liquide dans la chambre d'extraction contenant la cartouche remplie de poudre, dans laquelle se trouve la ou les espèces à extraire. Les espèces à extraire vont alors se solubiliser dans le solvant, puis lorsque le niveau de solvant dépasse celui du coude du siphon, la vidange s'effectue et un solvant riche en espèces à extraire retombe dans le ballon. Les espèces à extraire étant moins volatiles que le solvant, elles restent dans le ballon, tandis que le solvant se vaporise et un nouveau cycle commence.



A chaque cycle, le contenu du ballon s'enrichit en espèces à extraire. A l'issue de cette extraction, un évaporateur rotatif permettra de séparer le solvant des différentes espèces extraites.

DOCUMENT 3 Une méthode plus récente : l'extraction par CO₂ supercritique

D'après Stéphane Sarrade et Karima Benaissi, *Actualité Chimique* (2013) 371-372, p. 72-77

L'intérêt croissant porté aux questions environnementales a permis l'émergence de solutions innovantes s'engageant définitivement dans le développement durable. Ainsi les procédés chimiques respectant les douze principes fondateurs de la « chimie verte » ont connu un remarquable essor au cours de ces vingt dernières années. Les fluides supercritiques en sont l'exemple idéal, illustré maintenant par de nombreux apports dans notre vie quotidienne.

Au-delà d'une pression et d'une température dites « critiques », un fluide donné se trouve en phase « supercritique » (figure 1). Il présente alors un comportement intermédiaire entre celui de l'état liquide et de l'état gazeux. Cela lui confère des propriétés particulières : une masse volumique élevée comparable à celle des liquides, un coefficient de diffusivité intermédiaire à celui des liquides et des gaz, et une faible viscosité proche de celle des gaz.

Le dioxyde de carbone est le fluide supercritique le plus utilisé car il présente des avantages notables : il est non toxique, non polluant, non inflammable, et est largement disponible à haute pureté et à des coûts modérés. De plus, ses coordonnées critiques sont modérées (température critique $T_c = 31\text{ °C}$, pression critique $P_c = 73,8\text{ bar}$), ce qui en fait un solvant « vert » ayant des applications industrielles tout à fait innovantes. [...]

Le principe de l'extraction de solides utilisant le dioxyde de carbone supercritique (CO₂ SC) repose sur la forte variation du pouvoir solvant du CO₂ en fonction des conditions opératoires (température et pression), ce qui permet d'extraire sélectivement les molécules selon leur nature chimique. Très faiblement polaire, le CO₂ se révèle être un excellent solvant des molécules apolaires ou peu polaires dans les conditions supercritiques. Partant de ce principe, une fois le composé désiré dissous dans le milieu CO₂ SC, il sera aisé d'obtenir l'extrait pur par une simple dépressurisation qui entraîne alors la séparation du CO₂, redevenu gazeux, et de l'extrait, récupéré sous forme liquide ou solide. Les procédés supercritiques s'acquittent des opérations d'élimination des résidus de solvant (extraction, imprégnation, formulation), opérations indispensables lorsque ce solvant est un composé organique. De plus, les faibles températures mises en œuvre (en général de 40 à 60 °C) permettent de conserver l'intégrité chimique des molécules thermosensibles traitées.

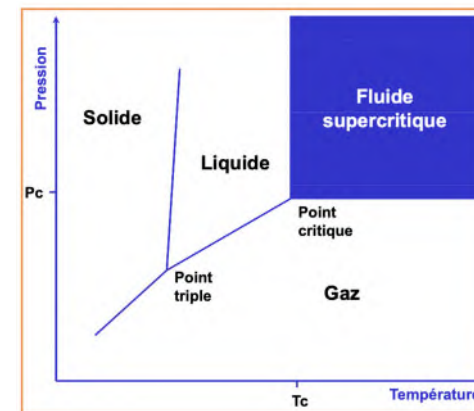


Figure 1 : Diagramme de phases d'un corps pur

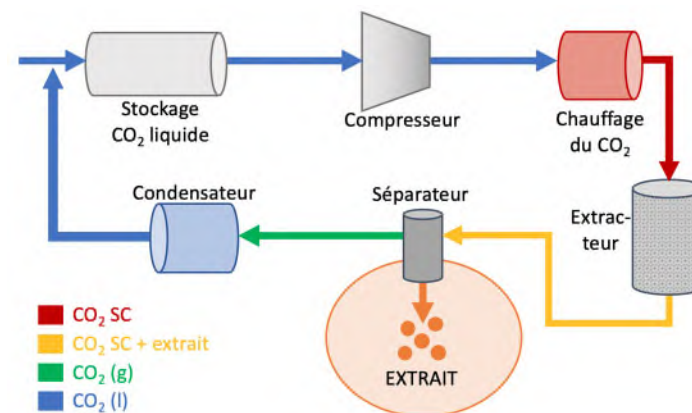
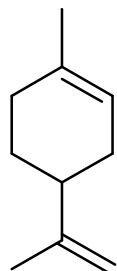


Figure 2 : Schéma de principe d'extraction par CO₂ supercritique

DOCUMENT 4 Le limonène, une molécule à l'odeur d'agrumes

D'après Von Burg, R. Toxicology Update : Limonene. Journal of Applied Toxicology 1995, 15, 495-499 et Concours Agro-Véto 2008

Limonène



Etat / couleur : liquide incolore

Odeur : fruitée

Déclenchement de l'odeur : 10 ppb dans l'eau

Masse molaire : 136,23 g·mol⁻¹

Densité : 0,841

Température de fusion : -95 °C

Température d'ébullition : 176 °C

Peu soluble dans l'eau ; miscible aux alcools

Composition d'une orange

Coût des oranges espagnoles : 0,50 €/kg

Coût des oranges françaises : 2 €/kg



m(1 orange) = 200 g
7 % massique de peaux



1,45 % massique de limonène dans les peaux

Extractions

• Méthodes :

On réalise l'extraction du limonène à partir d'1 kg d'oranges sur une durée de 3 h, par 3 méthodes différentes :

- Méthode 1 : macération à chaud par l'intermédiaire d'un extracteur de Soxhlet en utilisant un volume $V_1 = 50$ mL d'éthanol en tant que solvant extracteur.
- Méthode 2 : hydrodistillation par collection de 500 mL d'eau puis solubilisation de l'huile essentielle dans un volume $V_2 = 10$ mL d'éthanol.
- Méthode 3 : extraction au CO₂ supercritique puis solubilisation de l'huile essentielle dans un volume $V_3 = 10$ mL d'éthanol.

• Dosages :

Le limonène peut être dosé par le dibrome Br₂, généré par réaction entre l'ion bromate BrO₃⁻(aq) et l'ion bromure Br⁻(aq). Au cours de cette réaction, l'addition de Br₂ se fait mole à mole sur chaque double liaison du limonène. En pratique :

1. Dans un bécher de 250 mL, on introduit $V_L = 1$ mL de la solution alcoolique d'extraction du limonène, $V_{EtOH} = 20$ mL d'éthanol, $V_{HCl} = 10$ mL d'acide chlorhydrique de concentration 3,5 mol·L⁻¹ et quatre gouttes d'hélianthine.
2. On place dans la burette une solution mélange de bromure de potassium KBr à $C_{KBr} = 5,0 \cdot 10^{-2}$ mol·L⁻¹ et de bromate de potassium à $C_{KBrO_3} = 8,0 \cdot 10^{-3}$ mol·L⁻¹.
3. On réalise le dosage en visualisant l'équivalence pour un volume V_e versé par le virage du rose à l'incolore de la solution indiquant la consommation totale du limonène.

→ Les résultats obtenus sont les suivants :

| Méthode | 1 | 2 | 3 |
|---------------------|-----|-----|------|
| V _e (mL) | 4,7 | 9,0 | 27,8 |

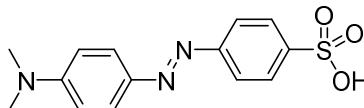
• Rendement d'extraction :

Le rendement d'extraction est défini comme le rapport de la masse de limonène extraite par la masse de limonène contenue dans les oranges.

$$\text{Rdt}(\%) = \frac{m_{\text{limonène, extraite}}}{m_{\text{limonène, oranges}}} \times 100$$

Indicateur coloré

Hélianthine : rouge en milieu acide



Données

- Couples d'oxydoréduction (à 25 °C) :
BrO₃⁻(aq)/Br₂(aq) ; Br₂(aq)/Br⁻(aq)
- partie par million (ppm) / partie par milliard (ppb)
1 mg/L de solution aqueuse = 1 ppm = 1000 ppb

DOCUMENT 5 Informations sur les unités d'extraction et les matières premières

Unités d'extraction de capacité 1 L :

| | |
|--|---------|
| Montage d'hydrodistillation : | 100 € |
| Montage Soxhlet : | 450 € |
| Unité d'extraction au CO ₂ SC : | 33000 € |

(Sources : Laboratoires Humeau, Site made-in-china.com)

Base de parfum :

Le degré d'alcool d'un mélange est le rapport entre le volume d'alcool et le volume total de ce mélange, à 20 °C.

Ethanol pur : 2 €/L



(Source : Site Nasdaq.com)

Flaconnage :

| | | | | |
|-------------------------|---|--|--|---|
| Allure du flacon | | | | |
| Description | Flacon vaporisateur en verre square 50 mL | Flacon vaporisateur en verre bulle 50 mL | Flacon vaporisateur en verre manhattan 50 mL | Flacon PET transparent 50 mL + Pompe spray en PP neutre |
| Prix/pièce | 3,90 € | 3,90 € | 3,90 € | 1,05 € |

(Source : Site aroma-zone.com)

Matières premières :

| | | | |
|---|---|---|---|
| salicylate d'amyle Odeur de trèfle 0,05 € pour 1 mL | vanilline Odeur de vanille 0,50 € pour 1 mL | coumarine Odeur de pin coupé 0,45 € pour 1 mL | alcool phényléthylique Odeur de rose, de miel 3,2 € pour 1 mL |
| eugénol Odeur de clou de girofle 0,34 € pour 1 mL | nérol Odeur florale (rose) 0,10 € pour 1 mL | limonène Odeur d'agrumes - | oxydes de rose Odeur florale 0,17 € pour 1 mL |

(Source : Site sigmaaldrich.com, alibaba.com, fisherscience.com)

Etiquetage :

| | | | | |
|------------------------|--|--|--|--|
| Format | Rectangulaire ou circulaire 60 mm x 60 mm | Rectangulaire ou circulaire 60 mm x 60 mm | Rectangulaire ou circulaire 60 mm x 60 mm | Rectangulaire ou circulaire 60 mm x 60 mm |
| Type de support | Papier Blanc Mat 90 g | Film PP Blanc Brillant 60 µm | Film PP transparent 50 µm | Film PP Blanc Brillant 60 µm + dorure argent ou or |
| Prix à l'unité | 0,13 € | 0,13 € | 0,63 € | 1,10 € |

(Source : Site labelletiquette.fr)

DOCUMENT 6 Marketing strategy

D'après Maud Leuenberger "Comment créer sa marque", Blog Shopify, 2022

A marketing strategy refers to a business's overall game plan for reaching prospective consumers and turning them into customers of their products or services. The four Ps* of marketing are the key factors that are involved in the marketing of a good or service: **the product** (the good or service), **the price** (what the consumer pays), **the place** (the location where a product is marketed), and **promotion** (the advertising).

I - Market and product study

A product idea is not necessarily enough to define a brand company.

A market study consists of analysing the market : competitor's companies, the existing products, the profile of ideal customers. To start a brand it's compulsory to offer an innovative product as well as a study with figures of the cost:

- Raw materials;
- Packaging;

II - Define your brand personality

Your positioning "formula" can help you get started, but to craft a solid brand story, ask yourself a few questions:

- What motivates me to start my business?
- What is the story of my business that the customer needs to know?

Not all companies have a defined mission, but if your brand does and it is based on strong values, it is important to make it known.

III - Choose a brand name, a catch phrase and a logo

As a business owner, choosing a brand name will likely be the first big decision you have to make. This decision will have an impact on the design of your logo, the choice of website name and the advertising.

- Use a suggestive word or metaphor;
- Transform a word by removing, adding or changing letters;
- Use an acronym;

A catch phrase is a huge asset when building your brand — a concise, descriptive phrase that you can add to your social media bio, website title, business card, and anywhere else to create a big impact.

A company or a brand is always a recognizable name and logo. All companies have a reputation that defines them and shapes how they are perceived; and they communicate using specific colours and fonts.



<https://thelogocompany.net>

IV - Advertising and marketing for the product

Once all the steps have been completed, it is necessary to make your brand known and to sell your product. For this, you need to promote the product (website, social networks, advertising campaign, etc.).

*Product, Price, Place, Promotion