

**INNOVATION**

16, av. Pey-Berland
F-33607 PESSAC Cedex

Agréments formation

72330571433 DRTEFP Aquitaine

APPLICATION

Tél : (33) 05.47.74.69.00
Fax : (33) 05.47.74.80.13

EWF – Certificat n° 27 pour
EAB-EWF 515
EAS-EWF 516

FORMATION

Mél : rescoll@rescoll.fr

CARACTERISATION

<http://www.rescoll.fr>

SIRET 437 950 173 00017 – NAF 7490B – VAT FR 81437950173

Caractérisation chimique de wax

Réf : CR08235002

Date : 04/04/2011

Objet :

RESCOLL a souhaité évaluer certaines wax présentes sur le marché afin de définir si elles comportent des produits d'origine pétrochimique (cires, paraffines,...) ou si elles sont à base de produits d'origine naturelle (beurre de soja, cire d'abeille, huile de Coprah,...).

Pour cela, 6 wax ont été approvisionnées :

- ◆ MATUNAS COLD,
- ◆ RAMSON COOL FORMULA,
- ◆ TERRAWAX 11-17°C,
- ◆ FAMOUS GREEN LABEL WARM,
- ◆ STICKY BUMPS SOY WAX WARM,
- ◆ GREENFIX COLD.

Elles ont ensuite été analysées selon un protocole de test mis au point par RESCOLL afin de mettre en évidence la présence ou non de paraffine dans les wax. Ce protocole permet d'identifier les constituants majoritaires des wax (origine pétrochimique ou origine naturelle); cependant, la présence d'autres constituants à des teneurs inférieures à 5 %m/m n'est pas détectable par ce protocole.



Accréditation N°1-1995
Portée disponible sur
www.cofrac.fr



Méthodologie d'essais

Les wax sont constituées de composés organiques mais également de charges minérales. Ces dernières peuvent gêner l'interprétation des résultats et il est nécessaire avant analyse de séparer la base organique des charges minérales.

De ce fait, les essais ont été réalisés en plusieurs étapes :

- ◆ extraction de la wax par le cyclohexane sous agitation pendant une nuit à température ambiante,
- ◆ séparation de la phase soluble dans le cyclohexane des insolubles par centrifugation puis filtration,
- ◆ récupération de la phase soluble dans le cyclohexane par évaporation à sec du solvant d'extraction,
- ◆ analyse de la phase soluble dans le cyclohexane par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) selon la norme T 51-500 (1989) et par analyse enthalpique différentielle (DSC) selon la norme NF EN ISO 11357-3 (1999).

Résultats :

Wax MATUNAS COLD

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 1.

L'analyse IRTF met en évidence que l'extrait par le cyclohexane de cette wax comporte :

- ◆ essentiellement des bandes caractéristiques de fonctions CH₂ et CH aliphatiques,
- ◆ une bande caractéristique de fonctions C=O à 1745 cm⁻¹.

La très faible intensité de la bande correspondant aux fonctions C=O indique que la wax ne comporte pas ou très peu d'acides gras, composés constituant les cires et huiles végétales.

Cette analyse permet de mettre en évidence que les composés organiques majoritaires de la wax MATUNAS sont d'origine pétrochimique (à base de paraffines et/ou d'huiles minérales notamment).

Wax RAMSOM COOL FORMULA

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 2.

L'analyse IRTF met en évidence que l'extrait par le cyclohexane ne comporte que des fonctions CH₂ et CH aliphatiques. On note l'absence sur ce spectre de bandes caractéristiques d'acides gras, constituants majoritaires des cires et huiles végétales.

Par conséquent, il apparaît que les composés organiques de la wax RAMSOM COOL FORMULA sont très majoritairement d'origine pétrochimique (à base de paraffines et/ou d'huiles minérales notamment).

Wax TERRAWAX 11-17°C

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 3.

Les résultats obtenus sont en tout point comparables à ceux obtenus pour la wax RAMSOM COOL FORMULA.

Par conséquent, il apparaît que les composés organiques de la wax TERRAWAX 11-17°C sont très majoritairement d'origine pétrochimique (à base de paraffines et/ou d'huiles minérales notamment).

Wax FAMOUS GREEN LABEL WARM

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 4.

Le spectre IRTF de l'extrait par le cyclohexane de cette wax comporte les bandes caractéristiques rassemblées dans le tableau suivant.

| Nombre d'onde (cm^{-1}) | Mode |
|------------------------------------|---|
| 2916 – 2848 | ν - CH ₂ aliphatiques |
| 1737 – 1708 | ν -C=O ester / acide |
| 1463 | d- CH ₂ aliphatiques |
| 1366 | δ - CH aliphatiques |
| 1192 – 1169 | ν -C-O ester |
| 728 - 719 | γ - (CH ₂) _n aliphatiques n>4 |

Cette wax a une formulation plus complexe que les trois wax précédemment analysées.

On retrouve sur ce spectre l'ensemble des bandes caractéristiques de cires végétales telles que la cire d'abeille, l'huile de Coprah et le beurre de soja.

Cependant, l'analyse DSC n'a pas permis de statuer sur l'absence de paraffine dans cette wax.

Afin d'aller plus loin dans l'analyse, nous nous sommes basés sur les hauteurs de pics en IRTF pour essayer de mettre en évidence la présence ou non de paraffine dans cette wax. Il apparaît alors que la présence de paraffine n'est pas avérée à des teneurs supérieures à quelques %.

Par conséquent, il apparaît que les composés organiques de la wax FAMOUS WARM sont essentiellement d'origine naturelle.

Wax STICKY BUMPS SOY WAX WARM

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 4.

Le spectre IRTF de l'extrait par le cyclohexane de cette wax comporte les bandes caractéristiques rassemblées dans le tableau suivant.

| Nombre d'onde (cm ⁻¹) | Mode |
|-----------------------------------|---|
| 2916 – 2848 | v- CH ₂ aliphatiques |
| 1737 | v-C=O ester |
| 1462 | δ- CH ₂ aliphatiques |
| 1376 | δ- CH aliphatiques |
| 1171 – 1113 | v-C-O ester |
| 729 - 719 | γ- (CH ₂) _n aliphatiques n>4 |

Au vu de ce spectre, il apparaît que cette wax doit comporter une huile végétale de type huile de Coprah.

Cependant, compte tenu de l'intensité des bandes à 1737 et 729 cm⁻¹ en IRTF ainsi que des températures de fusion en DSC, il est probable que cette wax doit comporter au moins un constituant d'origine pétrochimique (paraffine vraisemblablement). Cependant les analyses réalisées ne permettent pas de conclure sur la présence de cette paraffine.

Wax GREENFIX COLD

Les spectres IRTF et thermogrammes DSC relatifs à cette wax sont présentés en annexe 6.

Le spectre IRTF de l'extrait par le cyclohexane de cette wax comporte les bandes caractéristiques rassemblées dans le tableau suivant.

| Nombre d'onde (cm ⁻¹) | Mode |
|-----------------------------------|---|
| 2917 – 2852 | v- CH ₂ aliphatiques |
| 1730 | v-C=O ester |
| 1497 | v- C=C aromatiques |
| 1461 | δ- CH ₂ aliphatiques |
| 1377 | δ- CH aliphatiques |
| 1235 -1169 – 1104 | v-C-O ester |
| 884 – 822 | γ- CH aromatiques |
| 719 | γ- (CH ₂) _n aliphatiques n>4 |

La présence de fonctions aromatiques semble indiquer la présence d'une colophane modifiée dans cette wax.

D'autre part, le ratio entre les hauteurs des pics à 2917 et à 1730 cm⁻¹ sont en faveur de la présence de cires végétales (cire d'abeille notamment).

Par conséquent, il apparaît que les composants identifiés pour la wax GreenFix Cold sont exclusivement d'origine naturelle.

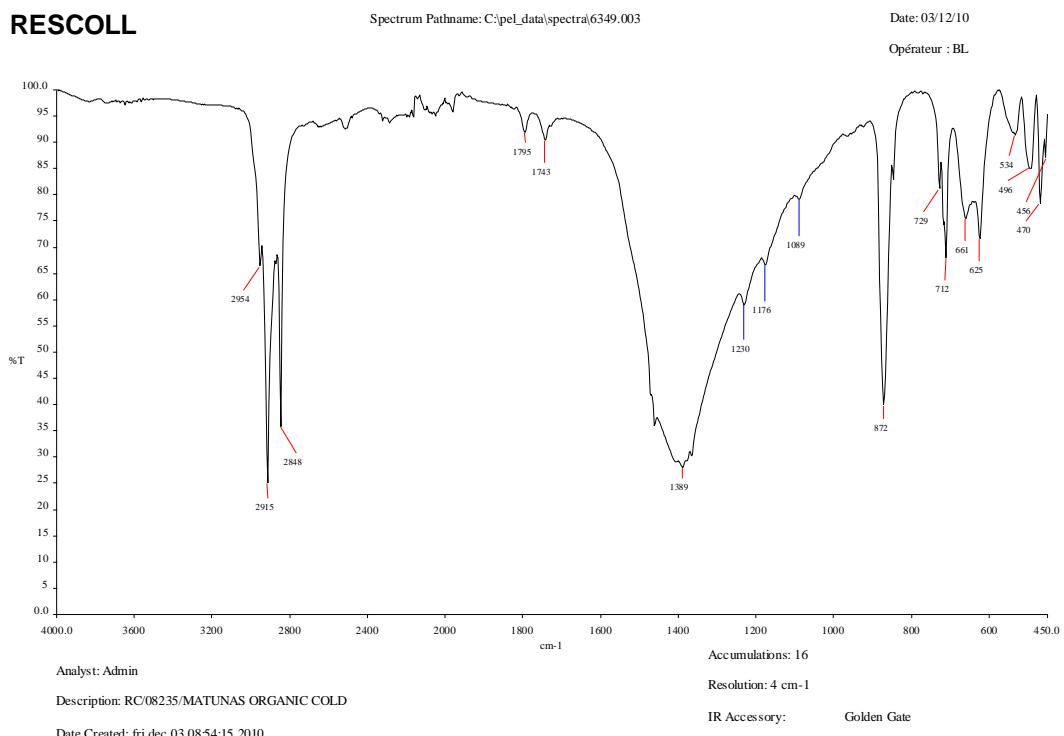
Conclusions

Le tableau suivant synthétise les résultats obtenus pour les 6 wax évaluées.

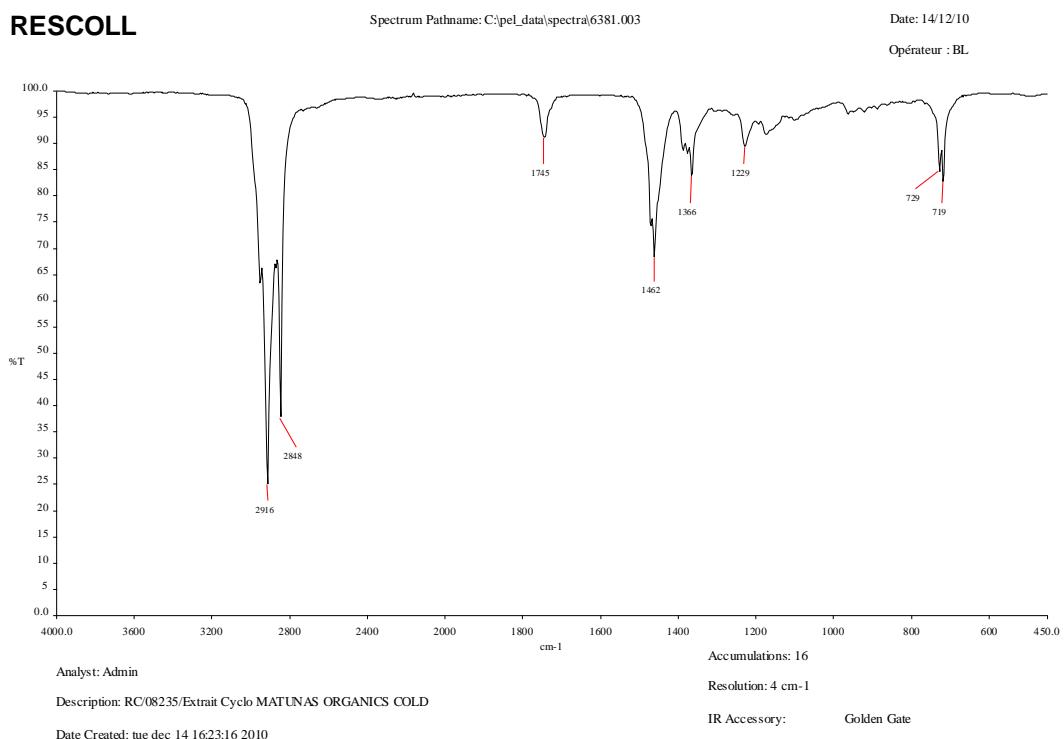
| Wax | Constituants identifiés |
|---------------------------|--|
| MATUNAS COLD | Cires / huiles d'origine pétrochimique majoritairement |
| RAMSON COOL FORMULA | Cires / huiles d'origine pétrochimique majoritairement |
| TERRAWAX 11-17°C | Cires / huiles d'origine pétrochimique majoritairement |
| FAMOUS GREEN LABEL WARM | Cires / huiles d'origine naturelle majoritairement |
| STICKY BUMPS SOY WAX WARM | Cires / huiles d'origine naturelle Présence probable de cires d'origine pétrochimique |
| GREENFIX COLD | Cires / huiles d'origine naturelle exclusivement Colophane modifiée (origine naturelle) |

Annexe 1 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax MATUNAS COLD

RESCOLL



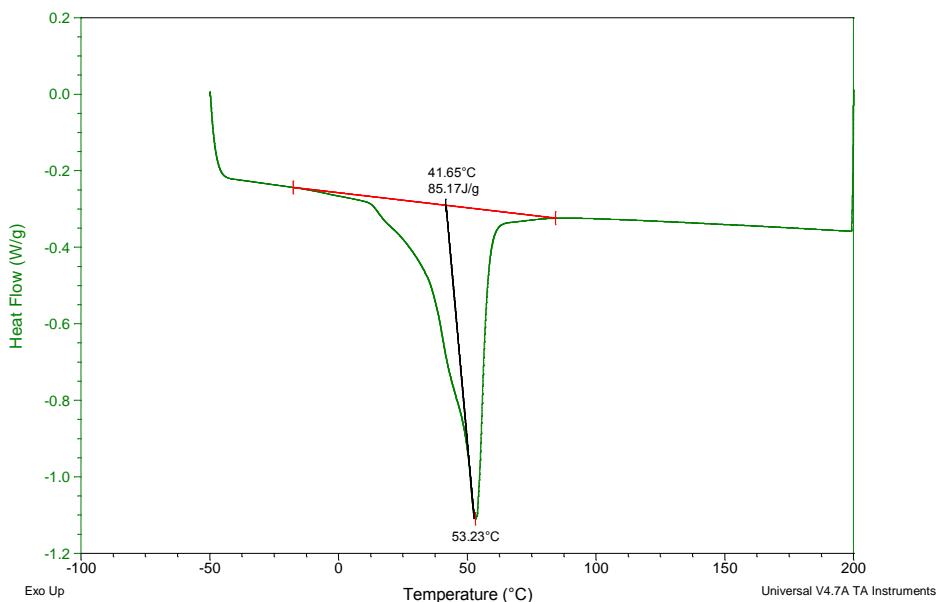
RESCOLL



Sample: RC/08235/MATUNAS
Size: 9.5400 mg
Method: ISO 11357

DSC

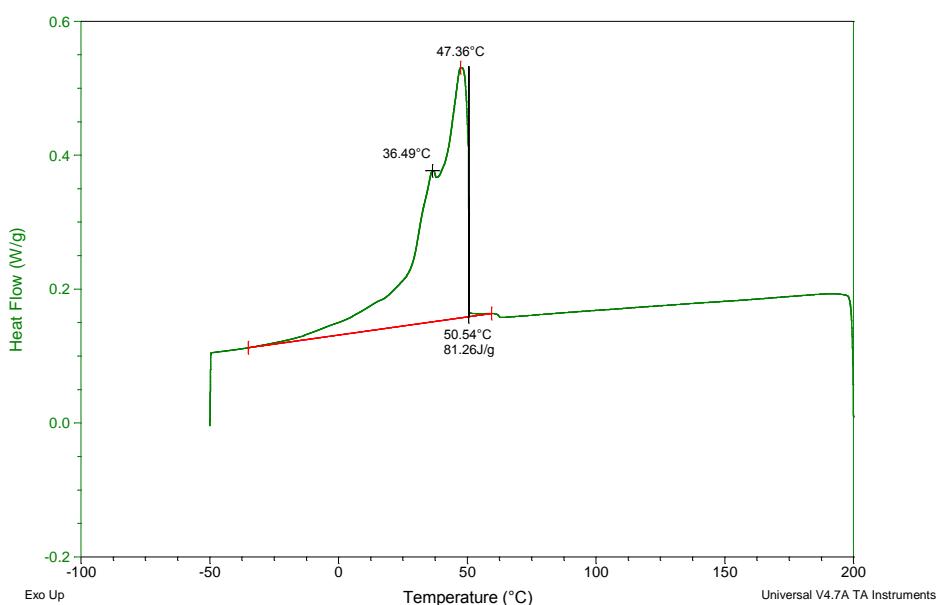
File: C:\RC\2008\08235\RC_08235_MATUNAS.00
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 00:44
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/MATUNAS
Size: 9.5400 mg
Method: ISO 11357

DSC

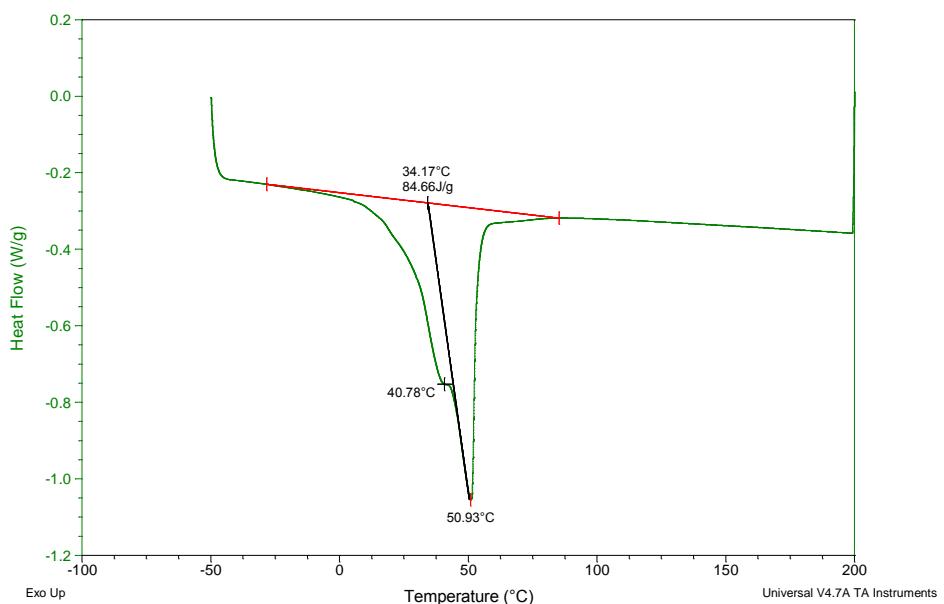
File: C:\RC\2008\08235\RC_08235_MATUNAS.00
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 00:44
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/MATUNAS
Size: 9.5400 mg
Method: ISO 11357

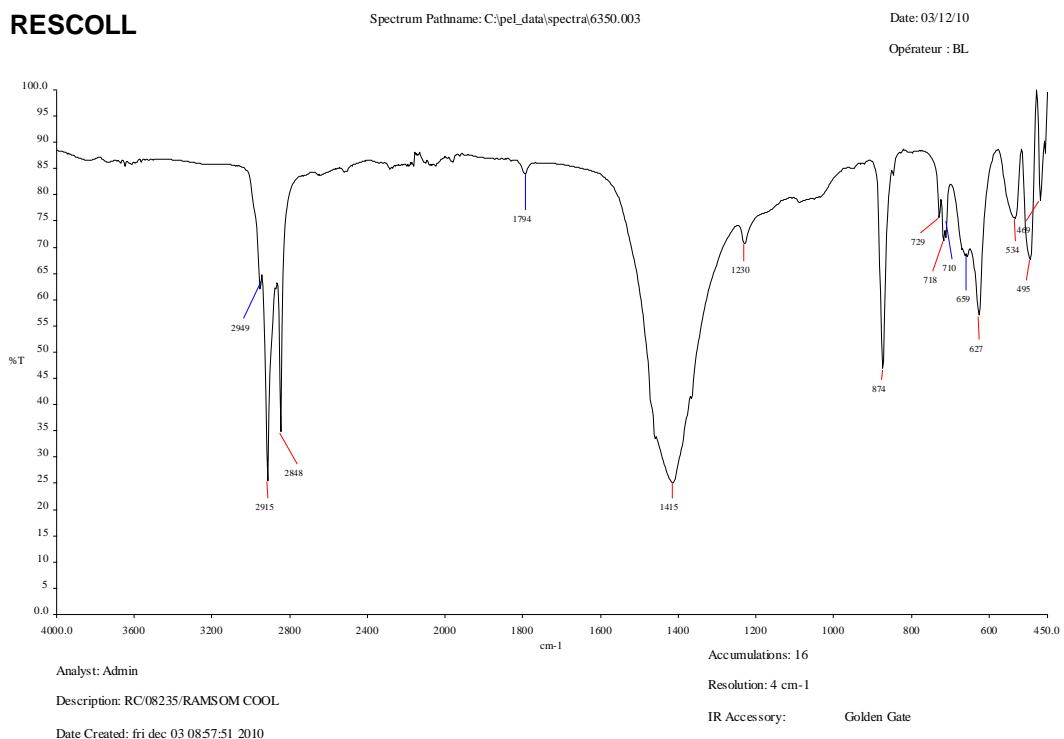
DSC

File: C:\RC\2008\08235\RC_08235_MATUNAS.00
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 00:44
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120

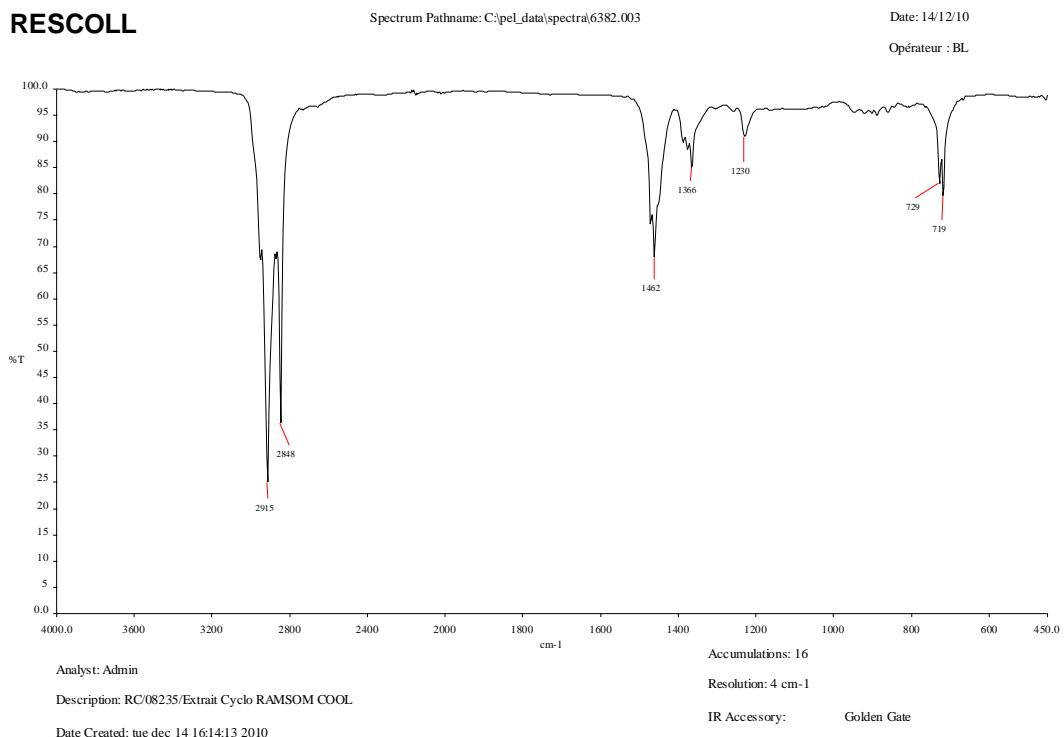


Annexe 2 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax RAMSON COOL FORMULA

RESCOLL



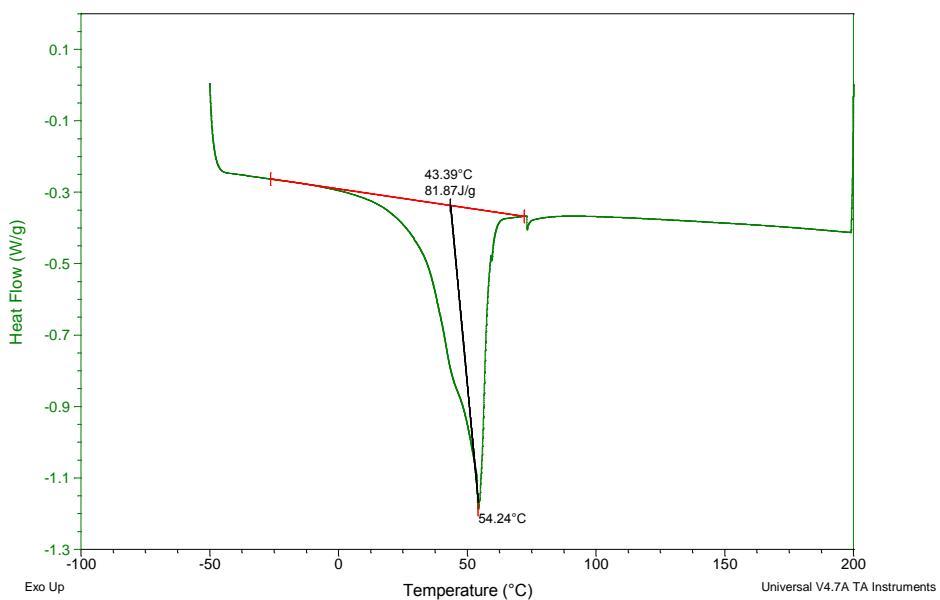
RESCOLL



Sample: RC/08235/RAMSON
Size: 7.9400 mg
Method: ISO 11357

DSC

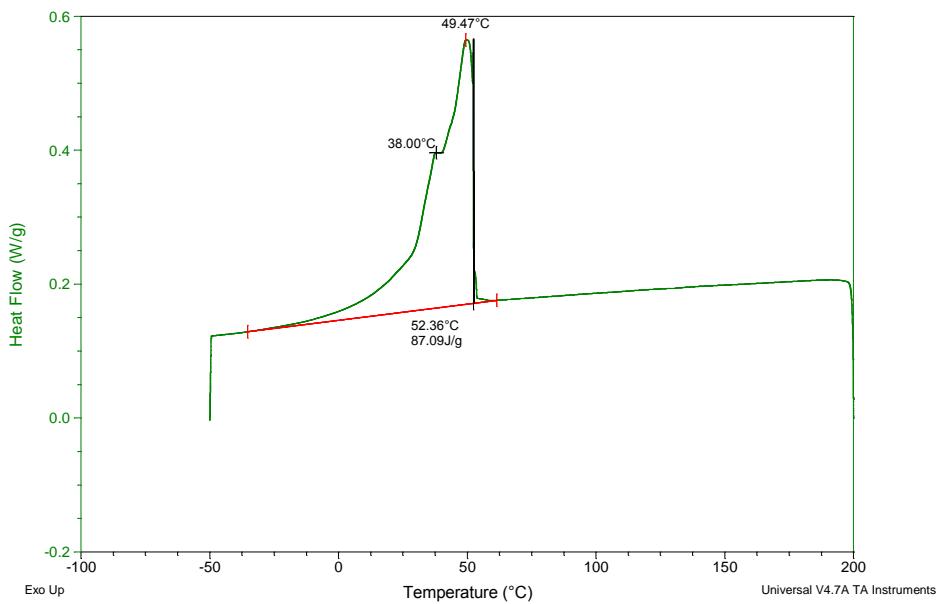
File: C:\...\RC\2008\08235\RC_08235_RAMSON.001
Operator: BL
Run Date: 11-Jan-2011 22:34
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/RAMSON
Size: 7.9400 mg
Method: ISO 11357

DSC

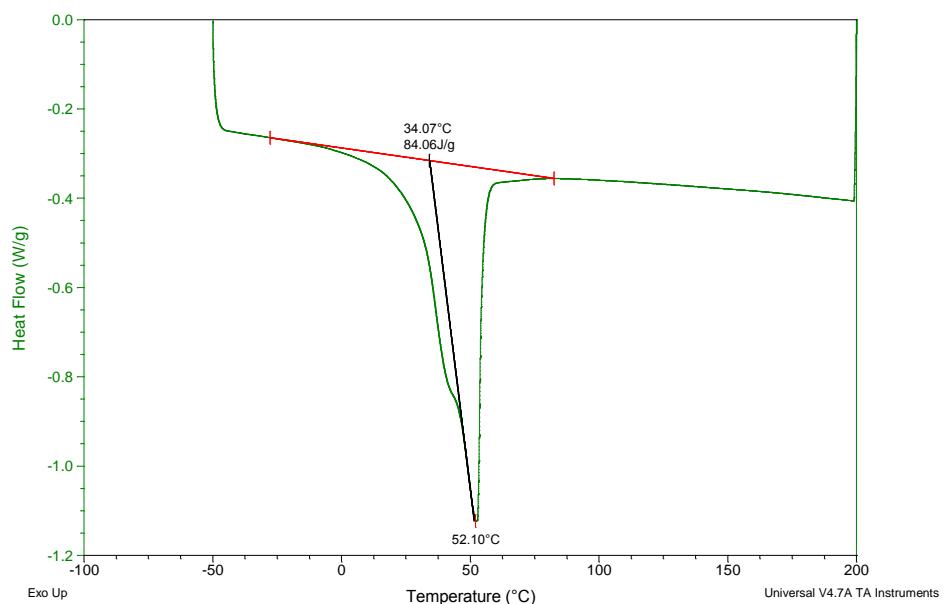
File: C:\...\RC\2008\08235\RC_08235_RAMSON.001
Operator: BL
Run Date: 11-Jan-2011 22:34
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/RAMSON
Size: 7.9400 mg
Method: ISO 11357

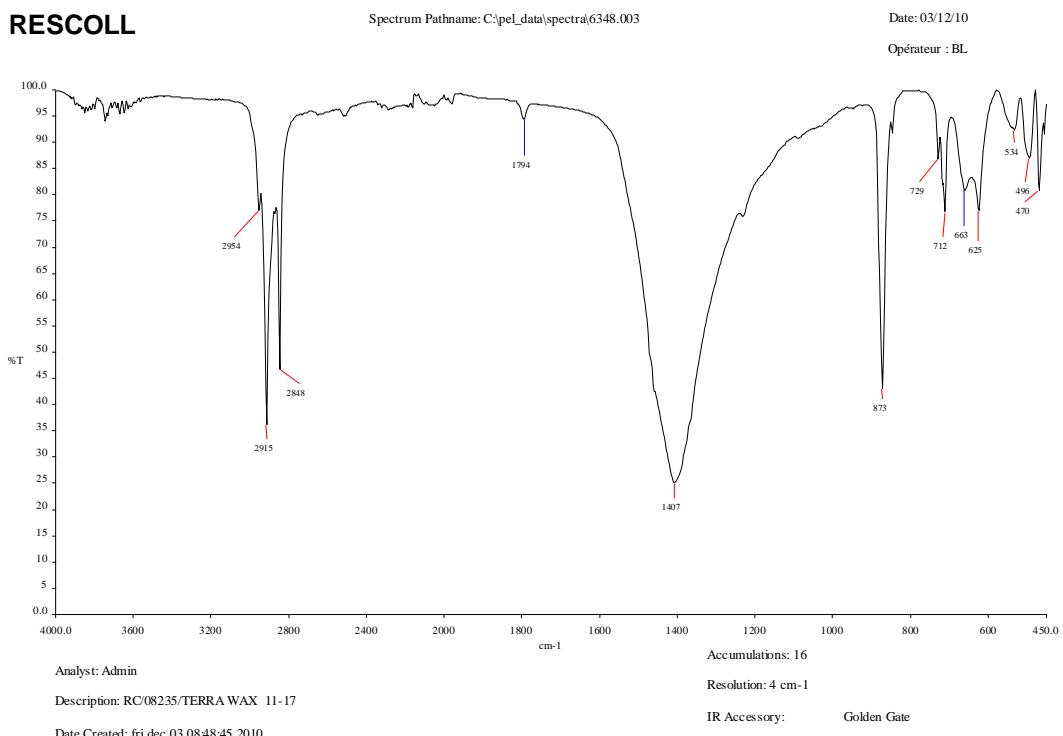
DSC

File: C:\...\RC\2008\08235\RC_08235_RAMSON.001
Operator: BL
Run Date: 11-Jan-2011 22:34
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120

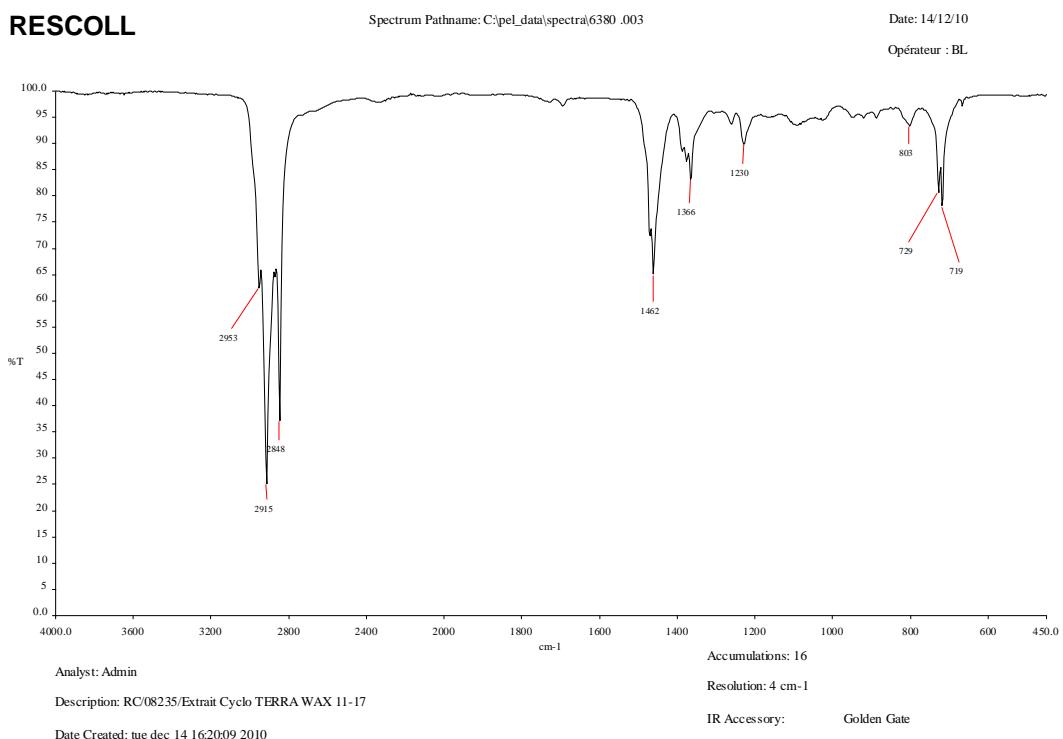


Annexe 3 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax TERRAWAX 11-17°C

RESCOLL



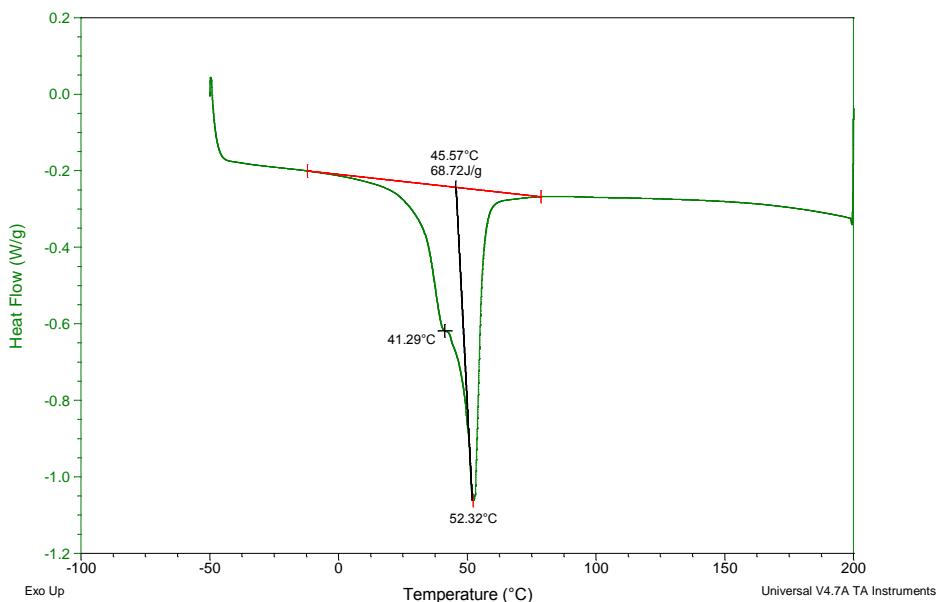
RESCOLL



Sample: RC/08235/TERRA WAX
Size: 7.1800 mg
Method: ISO 11357

DSC

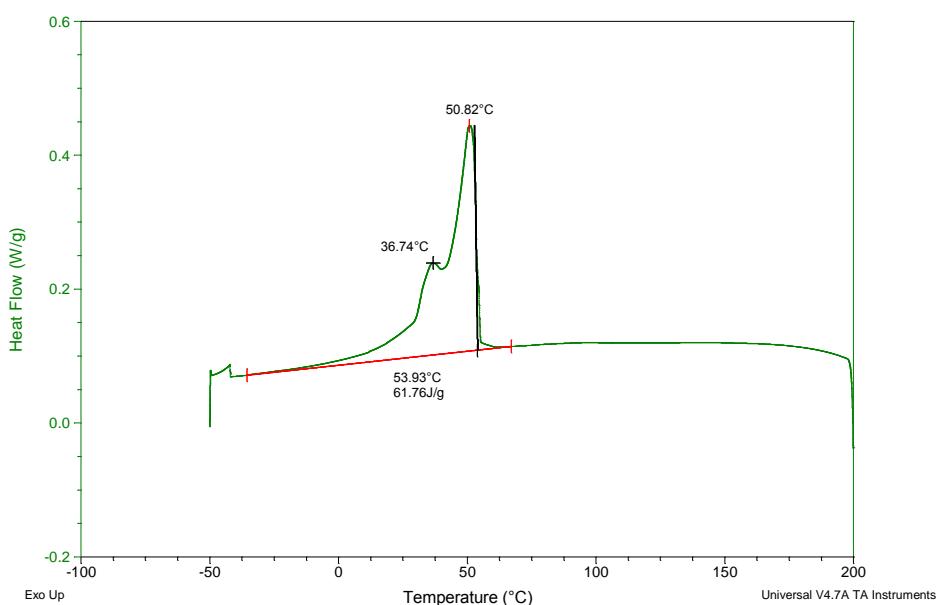
File: C:\2008\08235\RC_08235_TERRA WAX.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 05:04
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/TERRA WAX
Size: 7.1800 mg
Method: ISO 11357

DSC

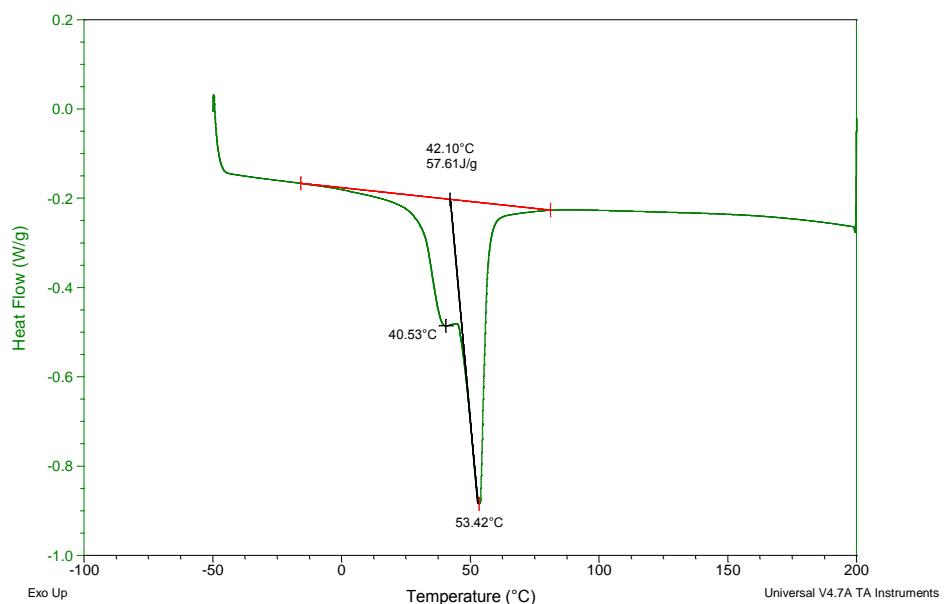
File: C:\2008\08235\RC_08235_TERRA WAX.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 05:04
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/TERRA WAX
Size: 7.1800 mg
Method: ISO 11357

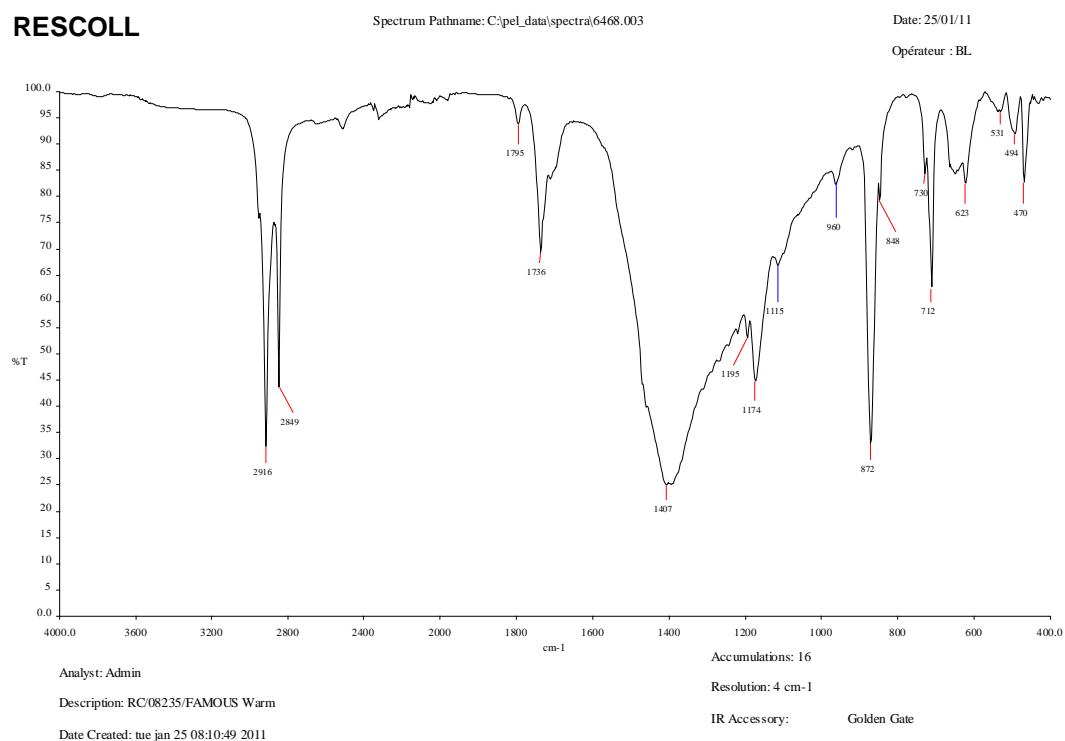
DSC

File: C:\2008\08235\RC_08235_TERRA WAX.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 05:04
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120

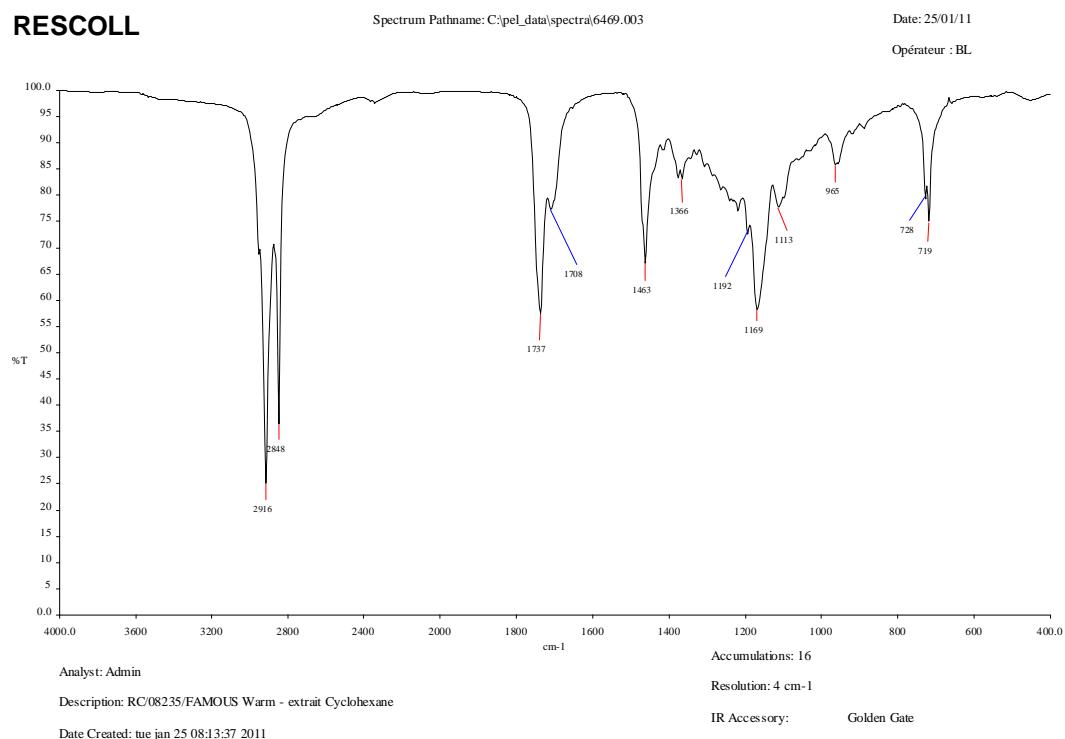


Annexe 4 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax FAMOUS GREEN LABEL WARM

RESCOLL



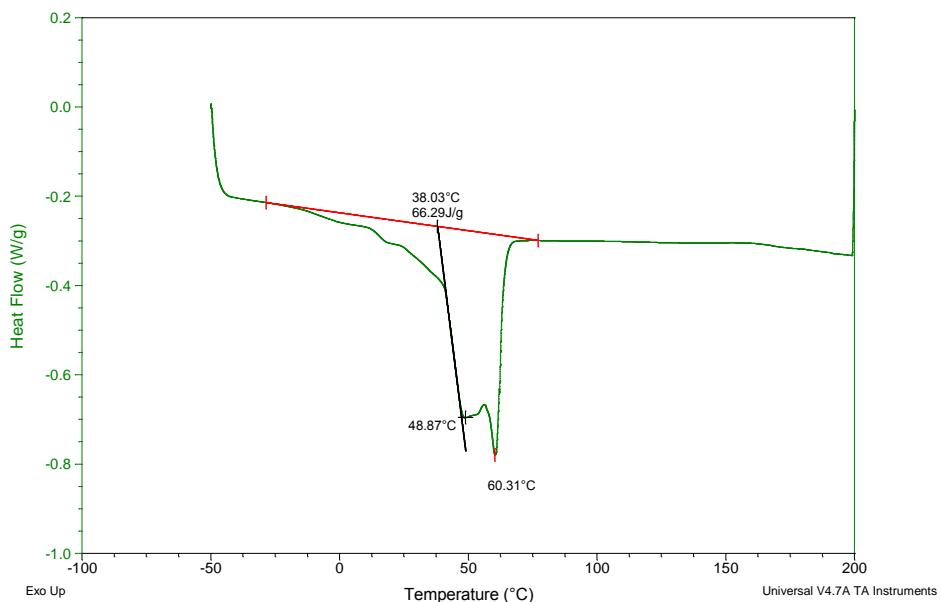
RESCOLL



Sample: RC/08235/FAMOUS WARM
Size: 9.9700 mg
Method: ISO 11357

DSC

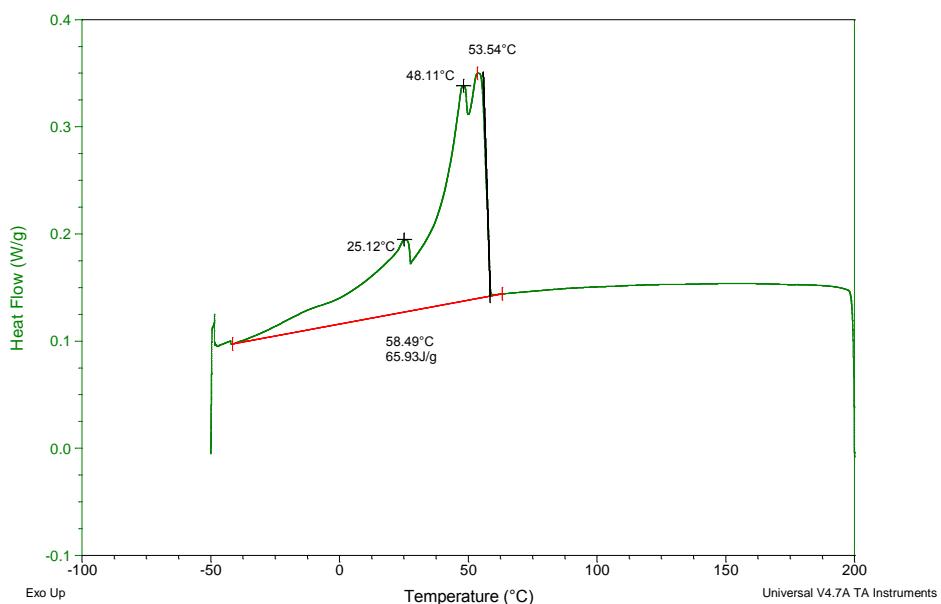
File: C:\08235\RC_08235_FAMOUS WARM.001
Operator: BL
Run Date: 25-Jan-2011 07:24
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/FAMOUS WARM
Size: 9.9700 mg
Method: ISO 11357

DSC

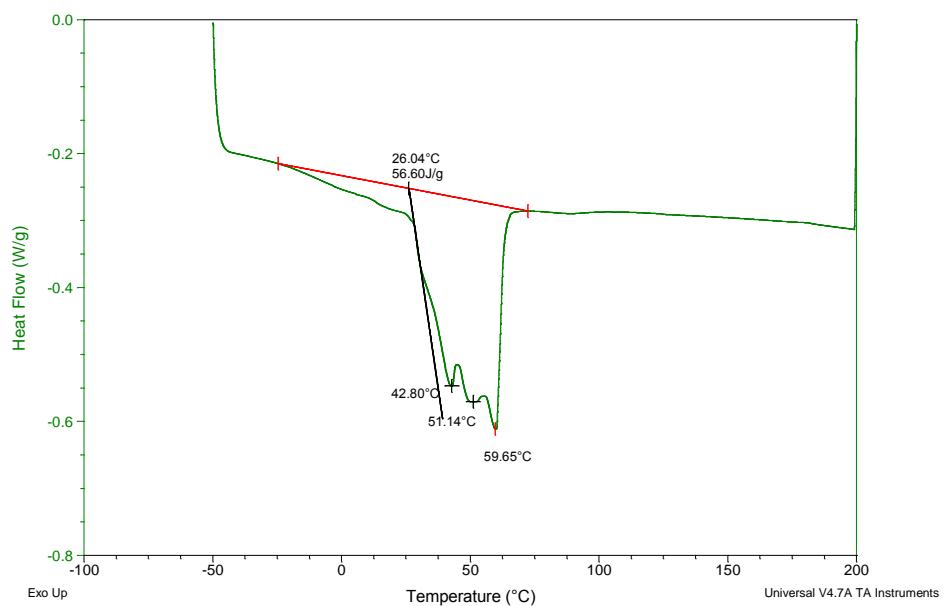
File: C:\08235\RC_08235_FAMOUS WARM.001
Operator: BL
Run Date: 25-Jan-2011 07:24
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/FAMOUS WARM
Size: 9.9700 mg
Method: ISO 11357

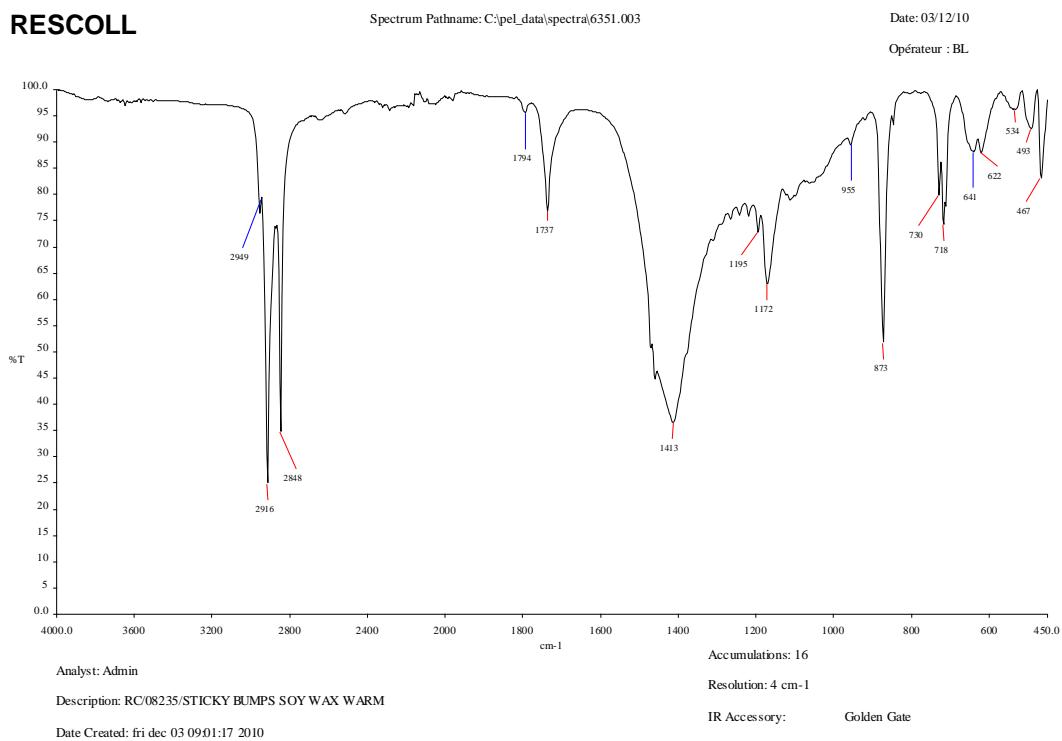
DSC

File: C:\08235\RC_08235_FAMOUS WARM.001
Operator: BL
Run Date: 25-Jan-2011 07:24
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120

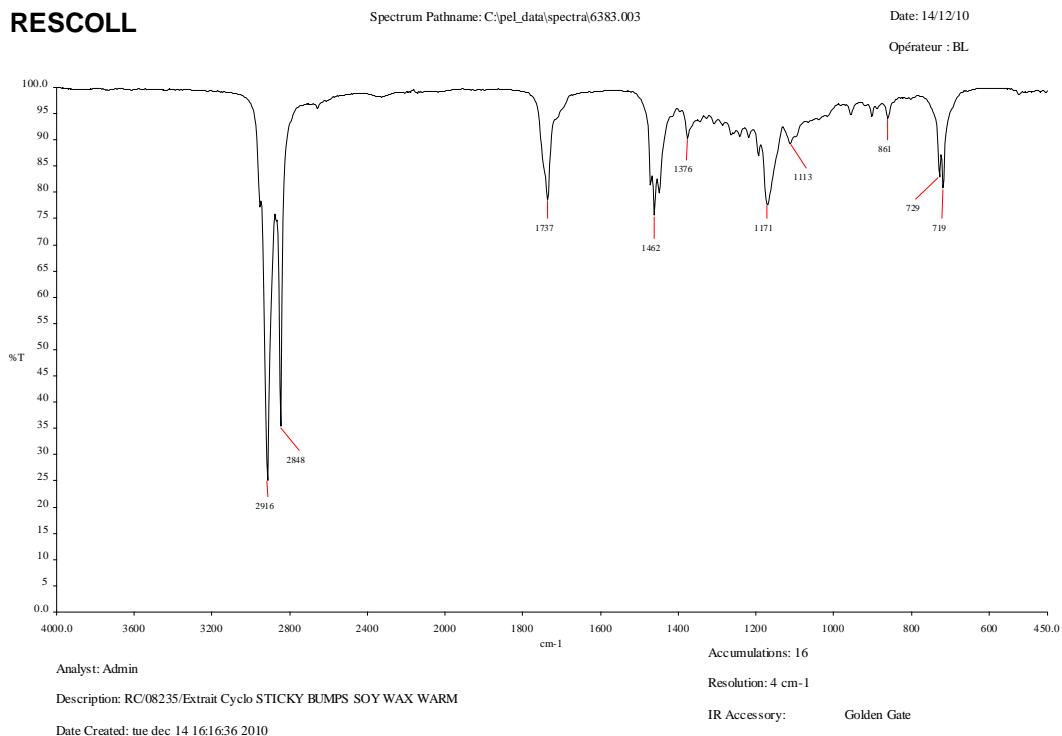


Annexe 5 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax STICKY BUMPS SOY WAX WARM

RESCOLL



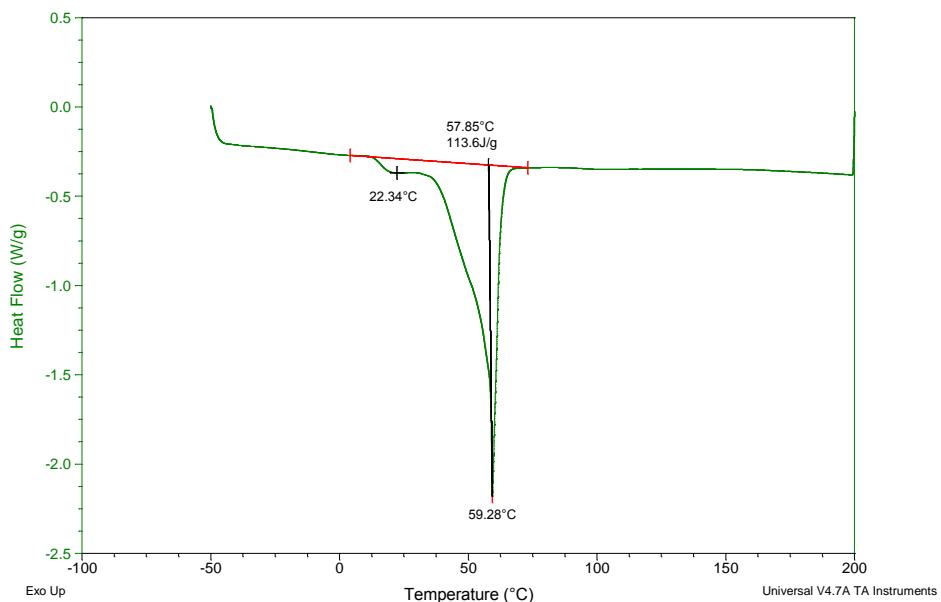
RESCOLL



Sample: RC/08235/STICKY BUMP
Size: 5.3300 mg
Method: ISO 11357

DSC

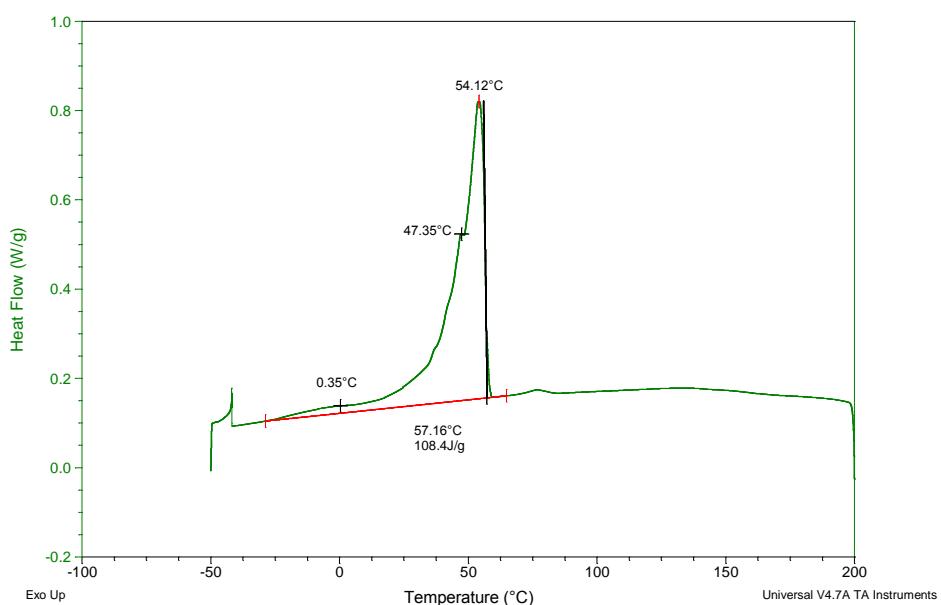
File: C:\08235\RC_08235_STICKY BUMP.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 02:54
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC/08235/STICKY BUMP
Size: 5.3300 mg
Method: ISO 11357

DSC

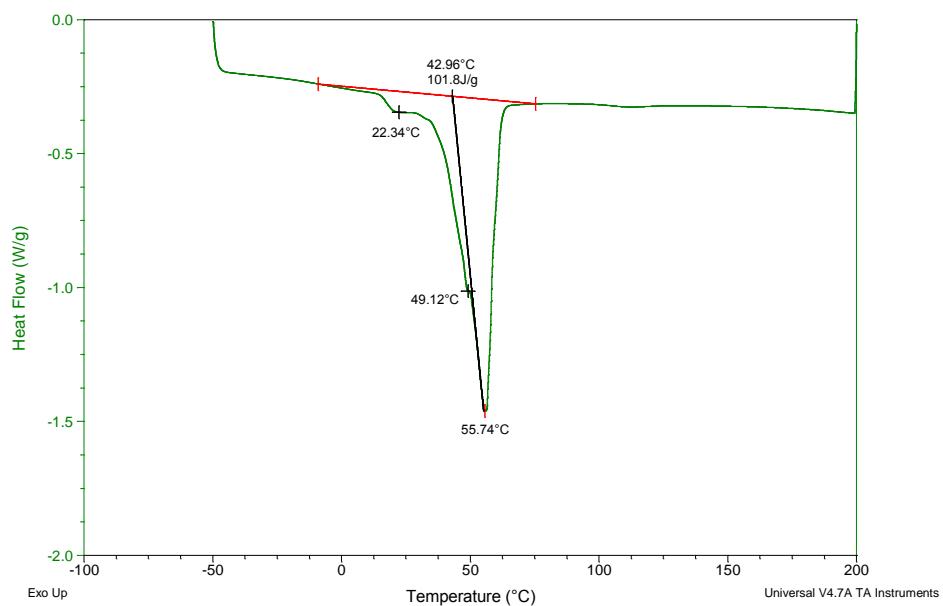
File: C:\08235\RC_08235_STICKY BUMP.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 02:54
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



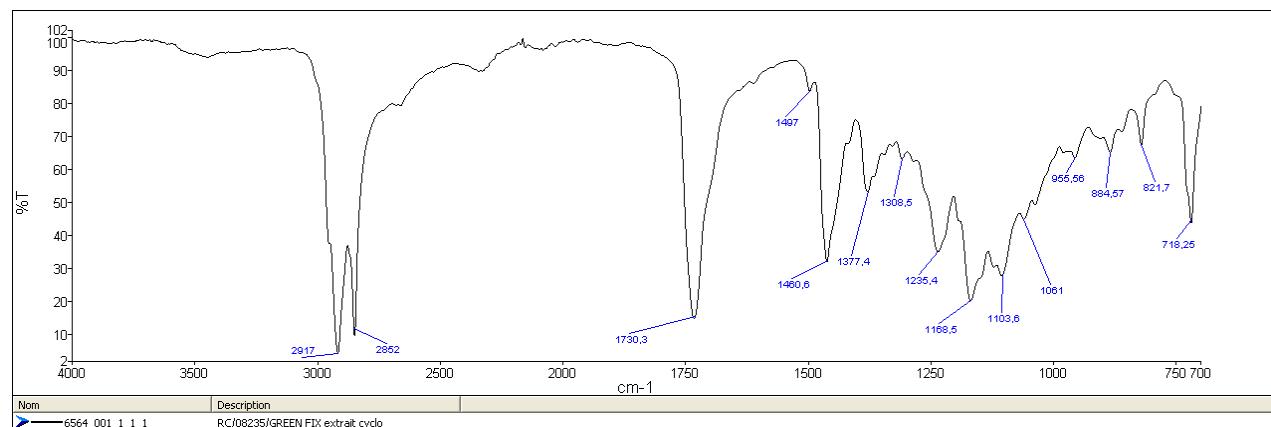
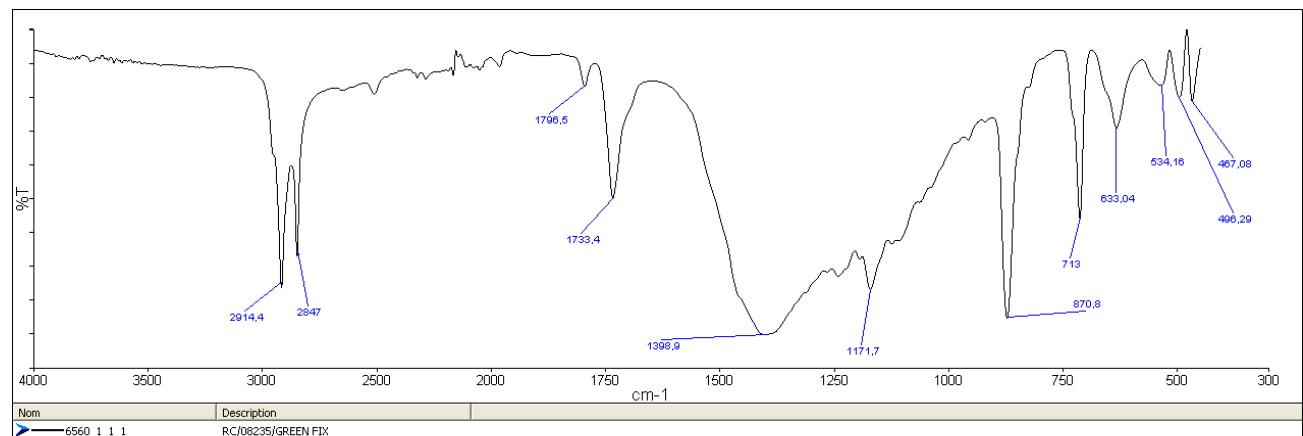
Sample: RC/08235/STICKY BUMP
Size: 5.3300 mg
Method: ISO 11357

DSC

File: C:\08235\RC_08235_STICKY BUMP.001
Operator: BL
Run Date: 12-Jan-2011 02:54
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



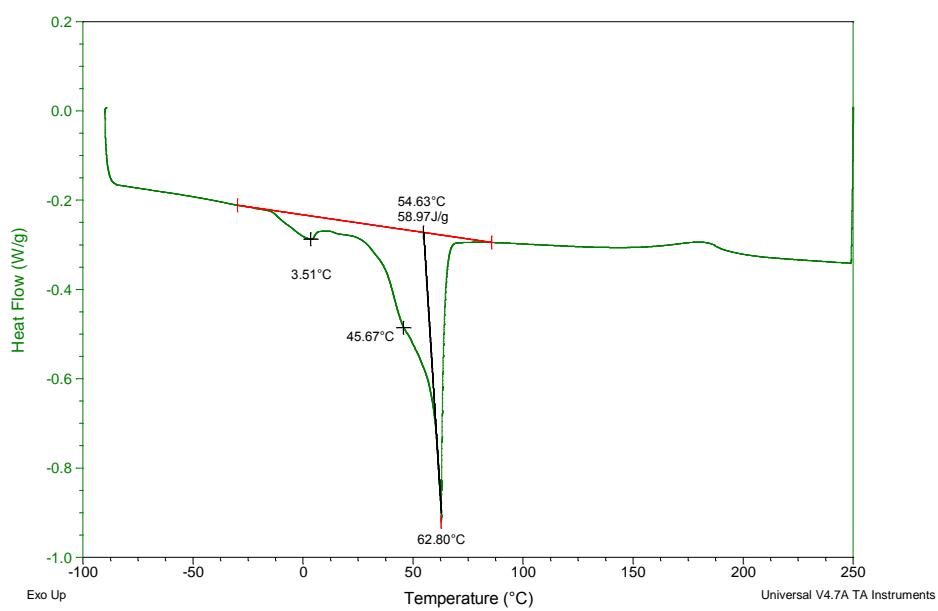
Annexe 6 : Spectres IRTF et thermogrammes DSC de la wax GREENFIX COLD



Sample: RC_08235_GREEN FIX
Size: 9.6500 mg
Method: ISO 11357

DSC

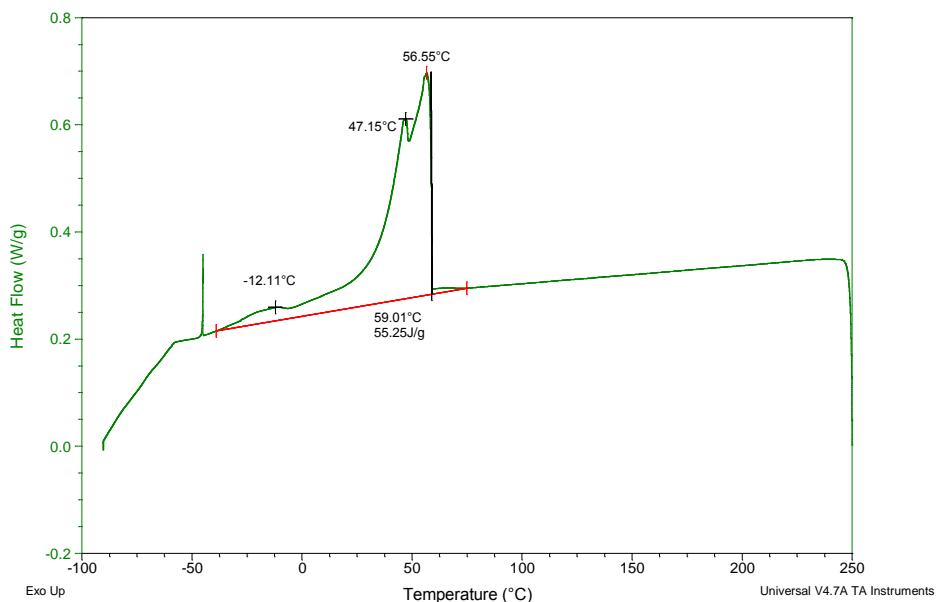
File: C:\...\2008\08235\RC_08235_GREEN FIX.001
Operator: BL
Run Date: 14-Mar-2011 18:02
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC_08235_GREEN FIX
Size: 9.6500 mg
Method: ISO 11357

DSC

File: C:\...\2008\08235\RC_08235_GREEN FIX.001
Operator: BL
Run Date: 14-Mar-2011 18:02
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120



Sample: RC_08235_GREEN FIX
Size: 9.6500 mg
Method: ISO 11357

DSC

File: C:\...\2008\08235\RC_08235_GREEN FIX.001
Operator: BL
Run Date: 14-Mar-2011 18:02
Instrument: DSC Q2000 V24.8 Build 120

