

RAPPORT D'ESSAI : 78511

Réalisé pour :
SESOL FRANCE
ZI RUE LAMINEUR
44806 SAINT HERBLAIN CEDEX

Identification des échantillons :

212-16852 : Cire CIRWAX SESOL

EVALUATION PERMEABILITE CIRE

Principe de l'étude :

Après les avoir isolés, le laboratoire a sélectionné trois bouchons en liège naturel de dimensions 49x24mm. Afin de s'assurer d'une absence de contamination initiale, ces derniers sont placés de manière individuelle dans un simulant hydroalcoolique à 12% et ce pour une durée de 24 heures (protocole OIV 296-2009).

Le macérat ainsi obtenu est analysé par microextraction en phase solide sur un chromatographe en phase gazeuse couplée à de la spectrométrie de masse.

Les résultats ainsi obtenus valident l'absence de dérivés organohalogénés extractibles pour ces trois bouchons.

Réf Excell	Mesure initiale avant exposition			Limite de Détection	Limite de quantification
	Bouchon n°1	Bouchon n°2	Bouchon n°3		
Molécule	Résultats (ng/l)			ng/l	
TCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TBA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TBP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCP	nd	nd	nd	0,60	1,4

nd: non détecté < LD – LD < Traces < LQ

TCA : 2,4,6-trichloroanisole - TCP : 2,4,6-trichlorophénol - TBA : 2,4,6-tribromoanisole - TeCA : 2,3,4,6-tétrachloroanisole
TeCP : 2,3,4,6-tétrachlorophénol - TBP : 2,4,6-tribromophénol - PCA : pentachloroanisole - PCP : pentachlorophénol

Ces trois bouchons sont alors conservés sous atmosphère contrôlée durant 24 heures à 23°C +/- 2 - 50%HR +/-5.

Après cette phase de stabilisation, ces derniers sont utilisés pour boucher trois demi-bouteilles de diamètre de col classique, bague CETIE.

Les bouteilles sont alors cirées à l'aide du système fourni et prévu à cet effet (cf photo).

Photographies des bouteilles après cirage :



Afin d'évaluer la perméabilité de la cire fournie, ces trois bouteilles sont alors placées dans une chambre d'essais de 20 L en acier électropoli scellée.

L'atmosphère de cette chambre d'essais étanche va alors être volontairement contaminée à l'aide d'une solution de 2,4,6-Trichloroanisole pour atteindre une concentration de 500ng/m³ +/-50.

Les bouteilles cirées vont être exposées à cette atmosphère contaminée en TCA pour une durée de 12 heures à 23°C +/- 2.

La teneur en TCA dans la cellule va être contrôlée en début et en fin d'étude à l'aide du système analytique Quick Trap Excell.

Photographie des bouteilles en chambre d'essais :



Après ces 12 heures, la cire est ôtée des trois bouteilles puis mise de côté, il en est de même pour les trois bouchons.

Des macérations individuelles sont alors mises en œuvre sur ces six échantillons à l'aide d'un simulant hydroalcoolique à 12% et ce pour une durée de vingt-quatre heures (protocole OIV 296-2009). Comme lors de la campagne de mesures initiale, un dosage haloanisoles et halophénols extractibles est alors mené sur chaque macérat ainsi obtenu par chromatographie en phase gazeuse couplée à de la spectrométrie de masse.

RESULTATS APRES EXPOSITION AU TCA

Réf Excell	Mesure après exposition			Limite de Détection	Limite de quantification
	Cire n°1	Cire n°2	Cire n°3		
Molécule	Résultats (ng/l)			ng/l	
TCA	9,5	22	13	0,60	1,4
TBA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TBP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCP	nd	nd	nd	0,60	1,4

nd: non détecté < LD – LD < Traces < LQ

Réf Excell	Mesure après exposition			Limite de Détection	Limite de quantification
	Bouchon n°1	Bouchon n°2	Bouchon n°3		
Molécule	Résultats (ng/l)			ng/l	
TCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TBA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCA	nd	nd	nd	0,60	1,4
TCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TBP	nd	nd	nd	0,60	1,4
TeCP	nd	nd	nd	0,60	1,4
PCP	nd	nd	nd	0,60	1,4

nd: non détecté < LD – LD < Traces < LQ

Principe de l'étude :

Au vu des résultats obtenus, il est tout d'abord intéressant de noter la capacité d'absorption en TCA de la cire appliquée.

Nous pouvons en effet observer une pollution de la cire des trois bouteilles exposées avec une teneur moyenne de 15ng/l soit 0.5ng/g de cire si nous la rapportons à sa masse.

Si nous nous concentrons maintenant sur les bouchons après exposition, aucune trace de dérivés organohalogénés n'a été mise en évidence dans les macérats ainsi obtenus.

Nous pouvons donc conclure cette étude en mettant en évidence l'effet barrière de cette cire CIRWAX SESOL face à une exposition en TCA dans les conditions expérimentales détaillées précédemment.

Fait à Floirac le 19 avril 2021

Responsable des essais : M.Darrietort

