



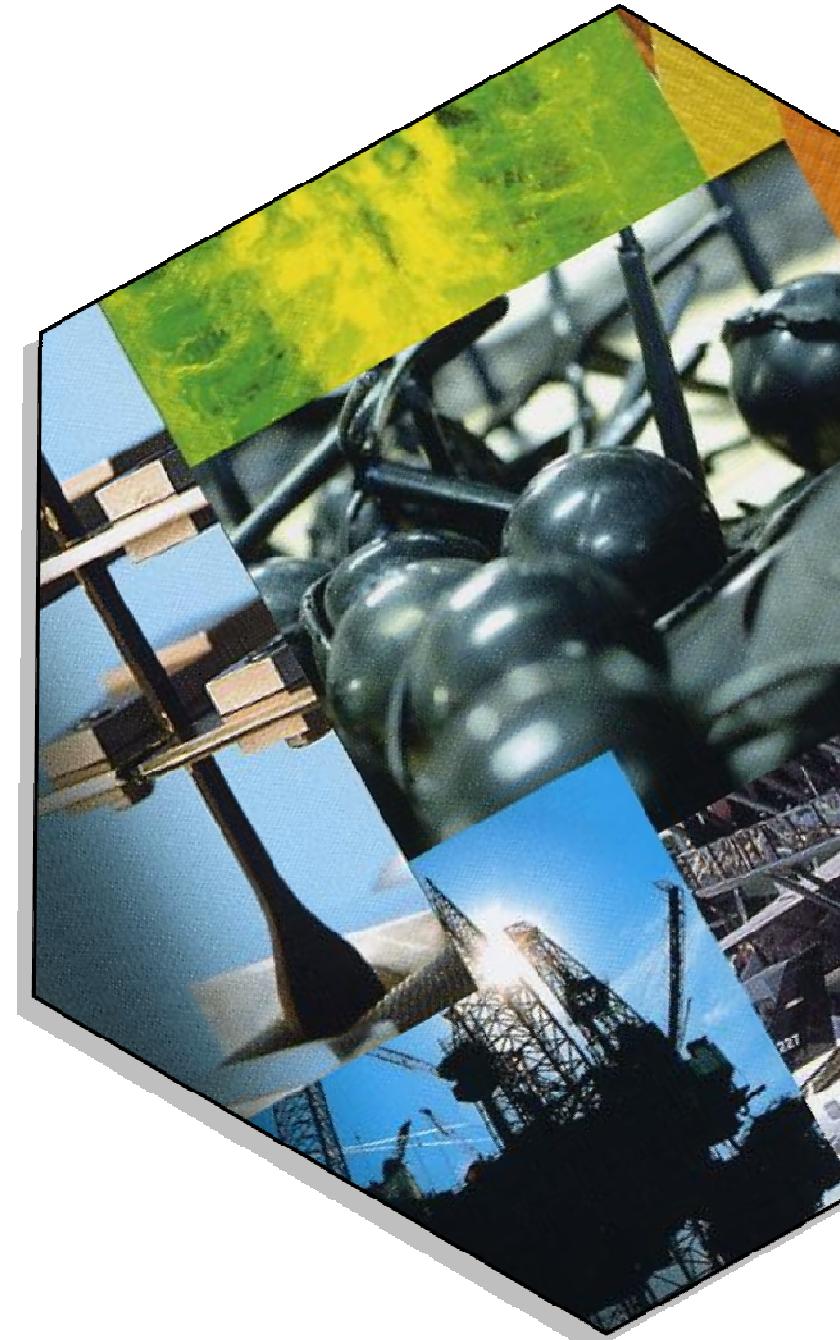
Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# **Quelques applications de la SBSE dans le monde du caoutchouc**

**Houria KHALFOUNE**

**Maison de la Chimie  
20 janvier 2011**





Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# SOMMAIRE

- **Le LRCCP**
- **Cycle d'une pièce caoutchouc**
- **Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau**
- **Recherche de solvant polluant**
- **Origine de l'odeur « amande » d'un caoutchouc cru**
- **Etude de l'odeur dégagée par un matériau – corrélation avec les ingrédients**
- **Conclusions**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# LRCCP : chiffres clés

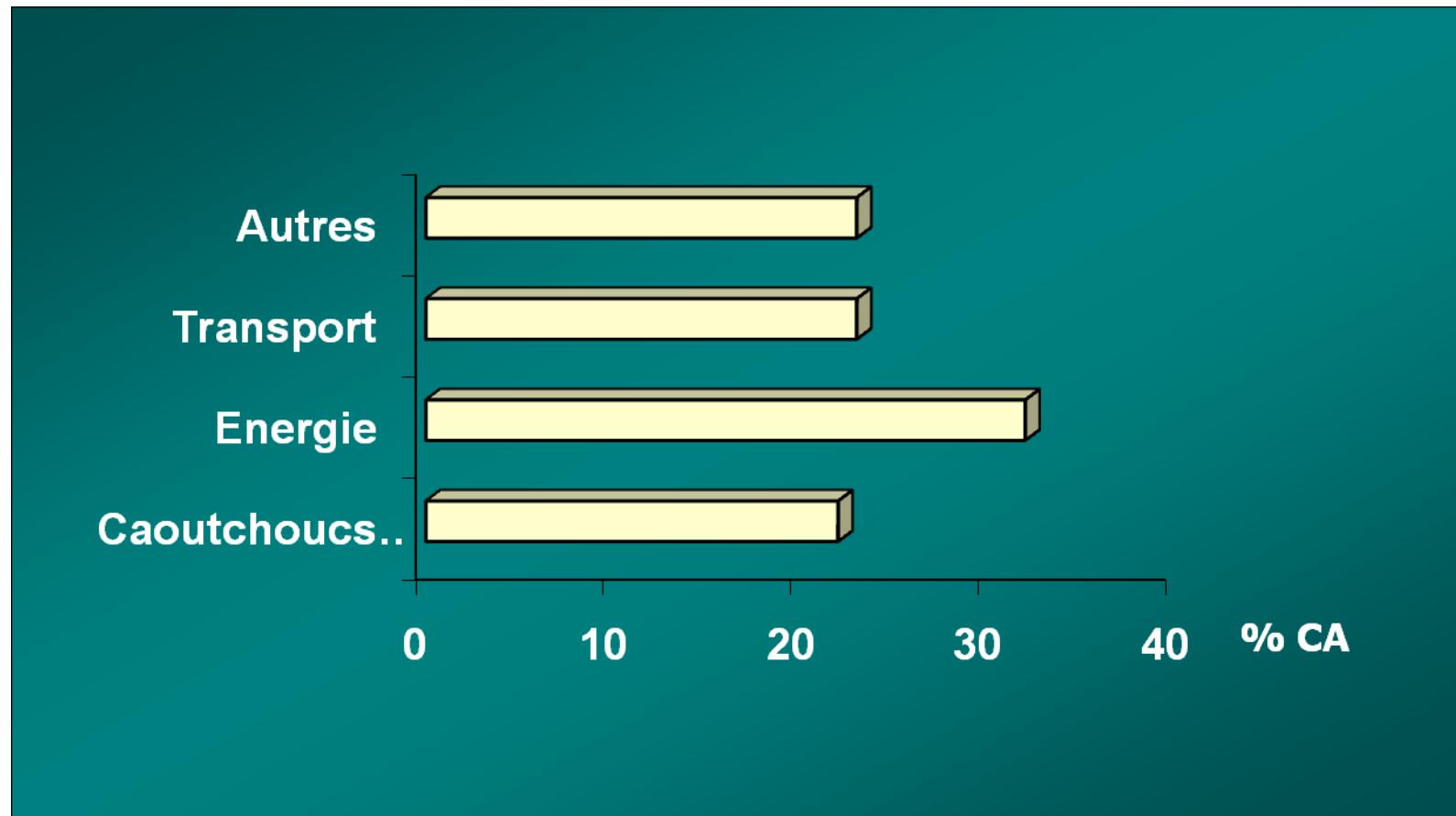
- **40 personnes dont 80% d'ingénieurs, docteurs, techniciens en physique, mécanique, chimie**
- **CA études privées : 3 millions d'€**
- **CA recherches : 1 million d'€ financé CETIM et SNCP**
- **1700 m<sup>2</sup> de laboratoires/1300 m<sup>2</sup> d'ateliers**
- **350 à 450 entreprises clientes par an**
- **Accréditation COFRAC selon la norme NF EN ISO/CEI 17025**
- **Agréments de grands donneurs d'ordre : EDF, SAFRAN...**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Secteurs clients





Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Domaines de compétences

---

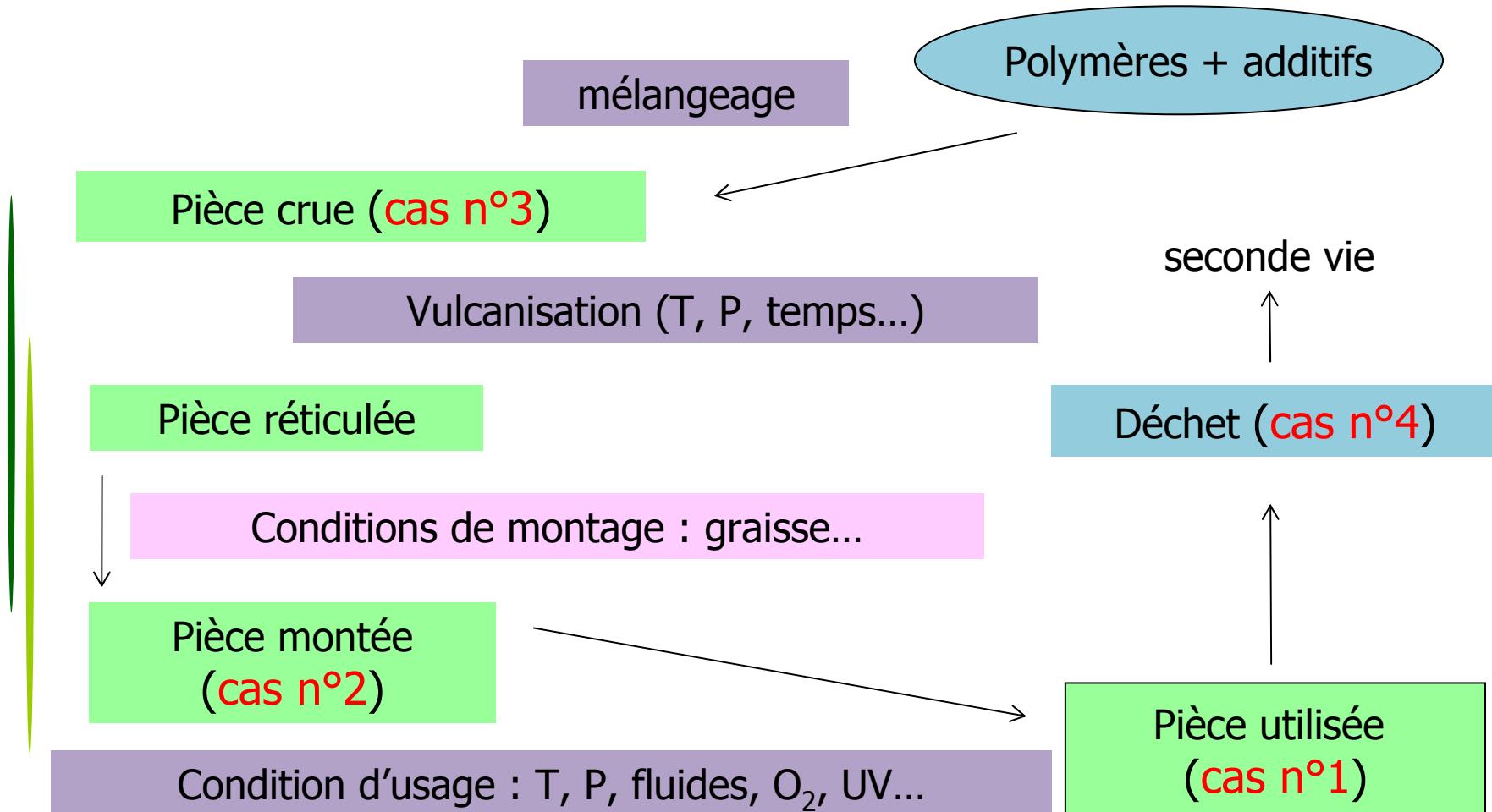
- **Conception des matériaux**
- **Mécanique des polymères**
- **Comportement à long terme des matériaux**
- **Essais, certification, homologation**
- **Analyse physico-chimique**
- **Expertises**
- **Assistance technique**
- **Veille & Valorisation scientifique**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Cycle d'une pièce caoutchouc





Votre partenaire polymère

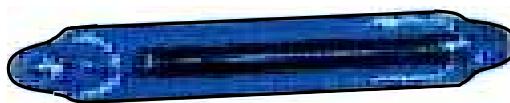
Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau (cas n°1)

**Application : caoutchouc alimentaire, médical...**

**Mise en contact : Arrêté de nov 1994**  
**plaque de 50 cm<sup>2</sup> / 50 ml eau / 40°C / 24h**

**Extraction : Twister 1h**



**Longueur 10 mm, épaisseur film : 0,5 mm**

**Thermodésorption :**  
**250°C, 10 min**





Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau

	Nature	parts
<b>Gomme</b>	Néoprène WRT ( <b>CR</b> )	100
<b>Charges</b>	Elastomag 170 (MgO)	4
	Noir de carbone	60
<b>Protecteur</b>	Octamine	2
<b>Plastifiant</b>	Di isooctyl sébaçate	15
<b>Système de vulcanisation</b>	Acide stéarique	0.5
	Oxyde de zinc	5
	ETU	0.75
	CBS	0.5



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau

	Nature	parts
<b>Gomme</b>	Pernuban NT3445 ( <b>NBR</b> )	100
<b>Charge</b>	Noir de carbone	65
<b>Protecteur</b>	TMQ	2
<b>Système de vulcanisation</b>	Acide stéarique	1
	Oxyde de zinc	5
	Soufre	0.2
	TMTD	2.5
	CBS	1.5



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau

## Mélange CR

Nom	n°CAS	origine probable
2-éthyl-1-hexanol	104-76-7	di isooctyl sébaçate
Diphénylamine	122-39-4	octamine



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau

## Mélange NBR

Nom	CAS	origine probable
Di sulfure de carbone	75-15-0	TMTD
Isocyanatocyclohexane	3173-53-3	CBS
Tétraméthylthiourée	2782-91-4	TMTD
2,2,4-triméthyl-1,2-dihydroquinoléine	147-47-7	TMQ



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Migration des éléments du caoutchouc dans l'eau

## Conclusions

Produits issus :

- Système de vulcanisation (CBS, TMTD)
  - Protection (octamine, TMQ)
  - Plastifiant (di isooctyl sébaçate)



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# **Recherche d'un solvant polluant (cas n° 2)**

---

**Dégraissage avec un solvant de pièces industrielles  
A et B – Gonflement d'un joint d'étanchéité**

**Mise en contact des 2 pièces avec un Twister, 24 h**

**Thermodésorption 100°C, 10 min**

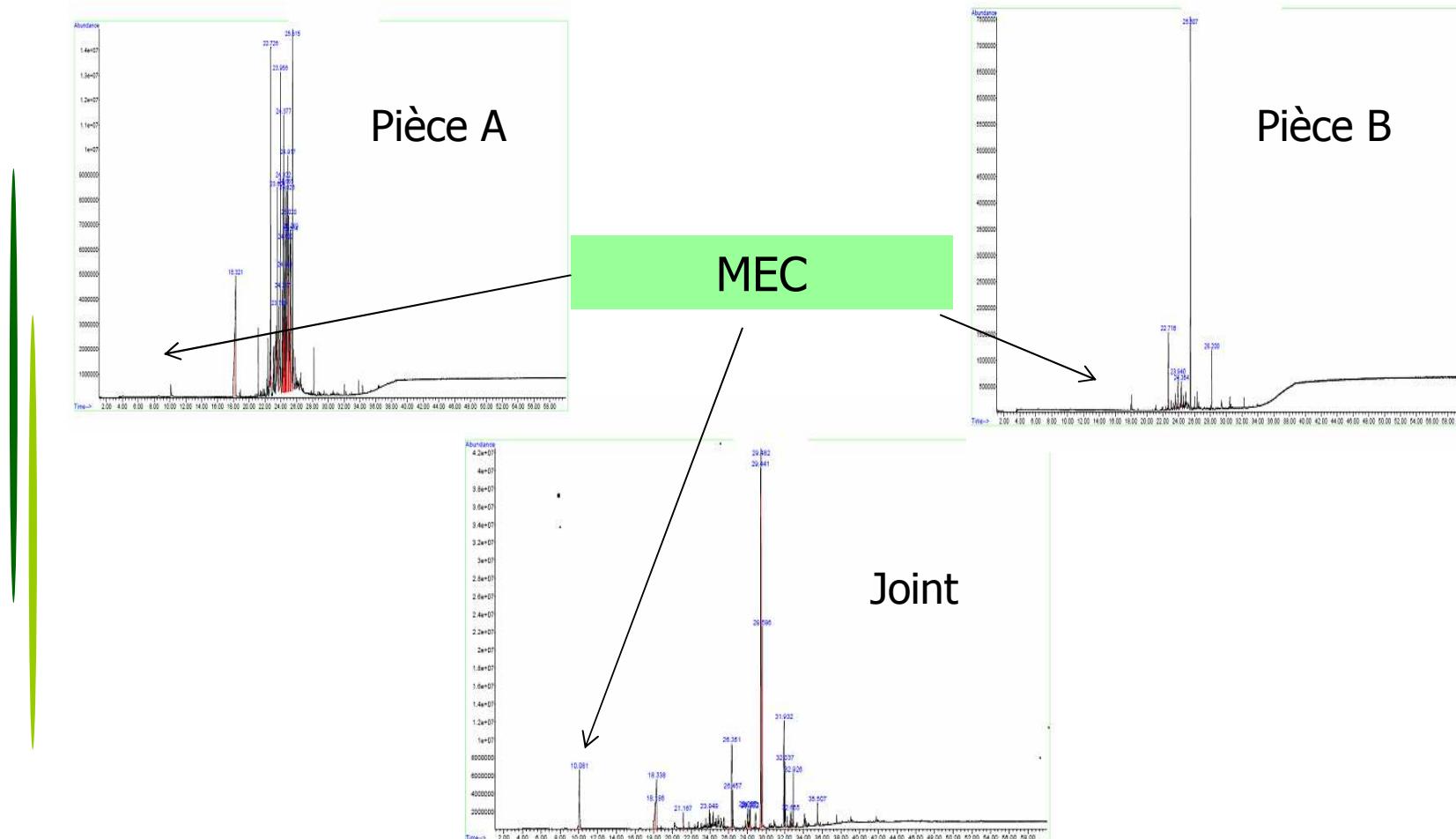
**Thermodésorption directe du joint**



## Votre partenaire polymère

## **Membre du réseau CTI**

# Recherche d'un solvant polluant





Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Recherche de solvant polluant

## Conclusion

Détection de la **MEC** (solvant de dégraissage)  
dans les 2 pièces  
et dans le joint



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Origine de l'odeur « amande » d'un caoutchouc cru (cas n° 3)

**Comparaison caoutchouc odorant par rapport au  
témoin non odorant**

**Twister : 24 h**

**Thermodésorption : 250°C, 10**

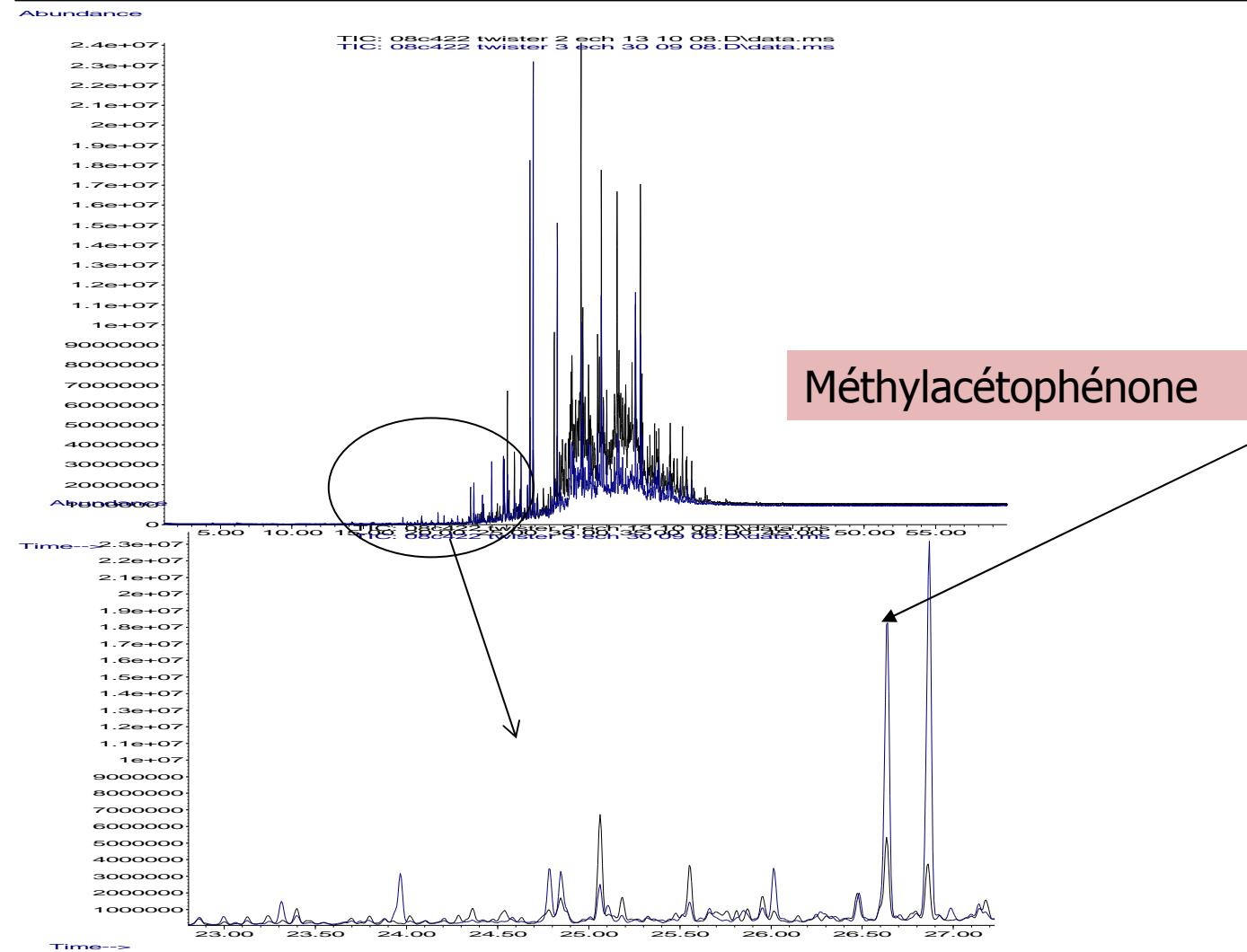




Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Origine de l'odeur « amande » d'un caoutchouc cru





Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Étude de l'odeur dégagée par un matériau - Corrélation avec les ingrédients (cas n° 4)

**Simulation du process : 130°C, 30 min,  
refroidissement 1h**

**Twister : 2 h**

**Thermodésorption : 130°C, 10 min**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Étude de l'odeur dégagée par un matériau - Corrélation avec les ingrédients (cas n° 4)

Substance chimique détectée	Nature odeur	Provenance probable
ter butyl amine	ammoniac	TBBS
isocyanatocyclohexane	âcre	CBS
dicyclohexylamine	poisson	DCBS
<b>benzothiazole</b>	aromatique	CBS, DCBS, TBBS
méthylisobutylcétone	légère odeur de camphre	6 PPD
aniline	âcre, amine	
diphénylamine	douce	



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Étude de l'odeur dégagée par un matériau - Corrélation avec les ingrédients (cas n° 4)

## Conclusions

Molécules identifiées provenant :

- système de protection (6PPD)
- accélérateurs de vulcanisation (CBS, DCBS, TBBS)



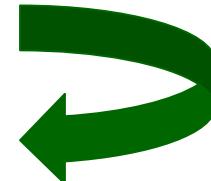
Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

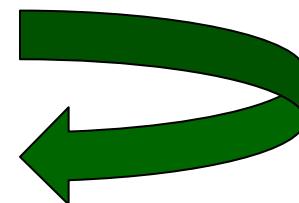
# Conclusions

**La technique SBSE aide à la caractérisation de molécules**

- migrantes dans des simulants
- odorantes
- toxiques



**Identification des additifs du caoutchouc responsables de la formation de ces molécules**



**Substitution possible de ces additifs.**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Conclusions

**MERCI DE VOTRE ATTENTION**

**Houria KHALFOUNE**

**[khalfoune@lrccp.com](mailto:khalfoune@lrccp.com)**

**01 49 60 57 73**

**lrccp.com**

**60 rue Auber - 94408 Vitry sur seine**

**01 49 60 57 57**



Votre partenaire polymère

**Membre du réseau CTI**

# Conclusions

---

- Prochaines manifestations :**

Lundis de la Mécanique à Nantes, le 21 février 2011, sur le thème des systèmes de l'étanchéité

1/2 Journée Environnement organisée au LRCCP fin mars 2011

- Venez également visiter notre nouveau site internet [www.lrccp.com](http://www.lrccp.com)**



Votre partenaire polymère

Membre du réseau CTI

# Glossaire

**6PPD : n (1,3 diméthylbutyl) n'phényl p phénylène diamine**

**TMQ : triméthyl dihydroquinoléine**

**Octamine ou octyldiphénylamine**

**Diisoctylsébaçate : DOS**

**ETU : éthylène thiourée**

**TMTD : disulfide tétraméthylthiurame**

**CBS : n cyclohexylbenzothiazyl sulfénamide**

**DCBS : n,n' dicyclohexylbenzothiazyl sulfénamide**

**TBBS : t butylbenzothiazyl sulfénamide**

**MEC :méthyléthylcétone**

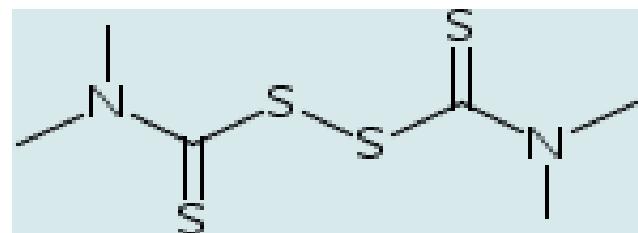
**Methylacétophénone**



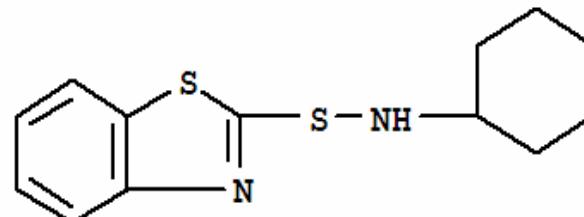
Votre partenaire polymère

**Membre du réseau CTI**

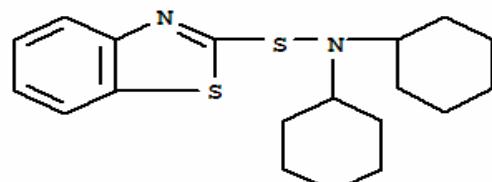
# Glossaire



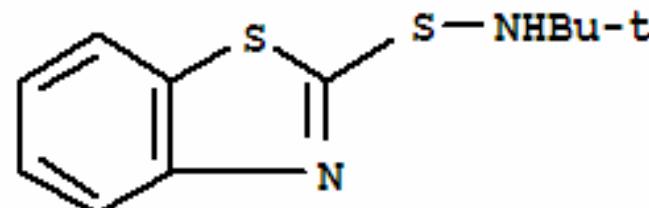
TMTD



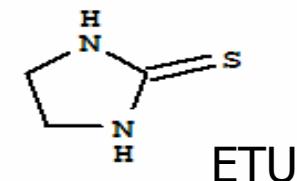
CBS



DCBS



DCBS



ETU

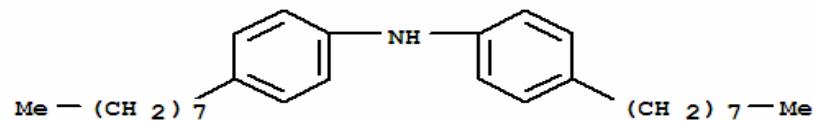
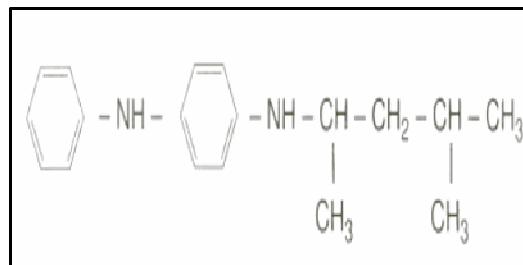


Votre partenaire polymère

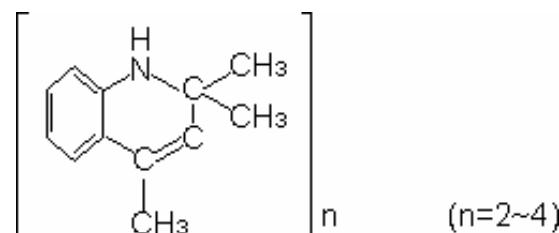
**Membre du réseau CTI**

# Glossaire

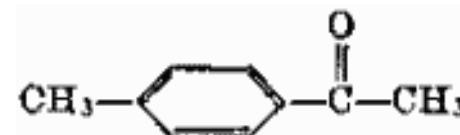
6 PPD



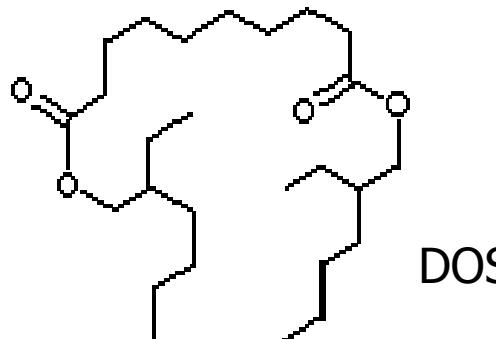
octamine



TMQ



methylacétophénone



DOS