
**Plastiques — Agents de réticulation à base
de peresters organiques pour matériaux
thermodurcissables à base de polyesters
non saturés — Détermination de la teneur
en oxygène actif**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Plastics — Organic-perester crosslinking agents for unsaturated-polyester
thermosetting materials — Determination of active-oxygen content*
(standards.iteh.ai)

ISO 15038:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999>



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 15038 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15038:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Plastiques — Agents de réticulation à base de peresters organiques pour matériaux thermodurcissables à base de polyesters non saturés — Détermination de la teneur en oxygène actif

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale englobe la manipulation de produits dangereux tels que les peroxydes organiques. Le port de lunettes de sécurité est donc obligatoire pendant toute la durée de l'essai.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en oxygène actif des peresters organiques.

Elle est applicable aux peresters utilisés pour initier la réticulation de matériaux thermodurcissables à base de polyesters non saturés.

Les peresters les plus utilisés dans la réticulation des résines de polyesters non saturés sont indiqués dans le Tableau 1.

ISO 15038:1999
Tableau 1 — Principaux types de peresters organiques

Perester	Masse moléculaire relative
Perbenzoate de <i>tert</i> -butyle	194,2
Éthyl-2 perhexanoate de <i>tert</i> -butyle	216,3
Peroxycarbonate d'isopropyle et de <i>tert</i> -butyle	176,2
Éthyl-2 perhexanoate de <i>tert</i> -amyle	230,3
Perbenzoate de <i>tert</i> -amyle	208,3
Triméthyl-3,5,5 perhexanoate de <i>tert</i> -butyle	230,4

Les peresters de butyle peuvent contenir des traces d'hydroperoxydes de *tert*-butyle (TBHP), dont la teneur en oxygène actif peut être déterminée séparément de celle du perester lui-même (voir l'annexe A). La teneur en oxygène actif du perester seul peut alors être obtenue par différence.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

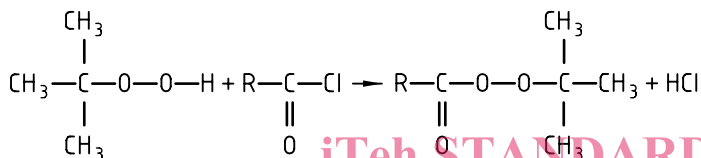
oxygène actif d'un perester organique

oxygène, dégagé par un perester organique, capable d'initier la réticulation de composés organiques ayant une double liaison de type C = C comme les résines de polyesters non saturés

3.2

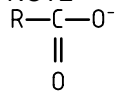
perester

peroxyde obtenu par la réaction d'un chlorure acide sur un hydroperoxyde selon l'équation chimique suivante [cas de l'hydroperoxyde de *tert*-butyle (TBHP) à titre d'exemple]:



iTeh STANDARD PREVIEW

NOTE Le composé obtenu est caractérisé par sa fonction peroxyde $-\text{O}-\text{O}-$ et sa fonction ester

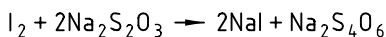
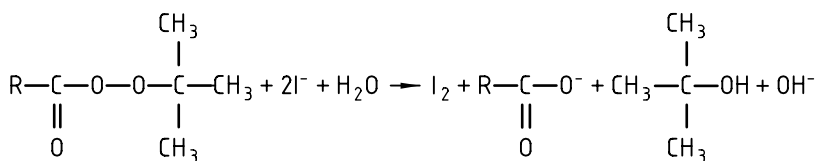


ISO 15038:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999>

4 Principe

Une prise d'essai du perester est mise à réagir avec de l'iodure de potassium en milieu alcool isopropylique/acide acétique, en présence de chlorure de cuivre(II). L'iode libéré est alors déterminé par titrage avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, comme suit:



5 Réactifs

5.1 Eau, de qualité 3 selon l'ISO 3696, utilisée pour préparer toutes les solutions aqueuses qui suivent, ainsi que pour toutes les opérations de dilution et de rinçage.

5.2 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.3 Acide acétique cristallisable.

5.4 Alcool isopropylique, de qualité analytique reconnue.

5.5 Chlorure de cuivre(II), solution aqueuse à 10 g/l (durée de vie de la solution: 6 mois).

5.6 Iodure de potassium, solution saturée fraîchement préparée par dissolution de 100 g de KI dans 100 ml d'eau (durée de vie de la solution: 1 jour).

5.7 Azote ou gaz carbonique, pur à au moins 99,9 %.

6 Appareillage

6.1 Fiole conique, de 200 ml de capacité, à col rodé 29/32 avec bouchon.

6.2 Balance, précise à 0,1 mg.

6.3 Tube ou capsule de pesée en verre ou **seringue tarée**.

6.4 Pipettes à un trait, de 1 ml et 5 ml de capacité respective, conformes à l'ISO 648.

6.5 Burette, de 50 ml de capacité, conforme à l'ISO 385-1.

6.6 Éprouvettes graduées, de 50 ml et de 20 ml de capacité respective.

6.7 Agitateur magnétique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

Dans la fiole conique (6.1), verser 40 ml d'alcool isopropylique (5.4) et 15 ml d'acide acétique (5.3).

Faire passer un faible courant (environ 150 ml/min) d'azote ou de gaz carbonique (5.7) à travers la fiole au-dessus de la surface du liquide. Maintenir ce débit de gaz jusqu'au moment où l'on bouche la fiole conique.

À l'aide d'une pipette (6.4), ajouter exactement 1 ml de la solution de chlorure cuivre(II) (5.5).

Agiter modérément au moyen de l'agitateur magnétique (6.7) afin d'homogénéiser.

À l'aide d'un tube ou d'une capsule de pesée ou d'une seringue tarée (6.3), peser, à 0,1 mg près, environ 2 mmol de perester à analyser.

Introduire la prise d'essai dans la fiole conique, boucher cette dernière et agiter jusqu'à dissolution de la prise d'essai.

À l'aide d'une pipette (6.4), ajouter 4 ml de la solution d'iodure de potassium (5.6). Reboucher la fiole conique et agiter de nouveau.

Laisser reposer à l'abri de la lumière pendant 30 min à température ambiante (pour certains peresters, cette durée n'est pas nécessaire et un temps plus court peut être adopté à condition qu'il ait été prouvé que les résultats n'en sont pas affectés).

Ajouter 50 ml d'eau (5.1) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (5.2) jusqu'à décoloration totale.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais en omettant la prise d'essai.

Répéter le mode opératoire sur une deuxième prise d'essai.

8 Expression des résultats

8.1 Teneur totale en oxygène actif

La teneur totale en oxygène actif, $(OA)_T$, exprimée en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de l'équation

$$(OA)_T = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0,8}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (5.2) ayant servi à titrer la prise d'essai;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium ayant servi à titrer le blanc;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

8.2 Teneur en perester

En l'absence de traces d'hydroperoxyde de *tert*-butyle (TBHP), la teneur en perester, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon est calculée à partir de la teneur en oxygène actif $(OA)_T$ par simple proportion, à l'aide de la masse moléculaire du perester correspondant:

$$\text{Teneur en perester} = \frac{(OA)_T \times M}{16}$$

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où M est la masse moléculaire du peroxyde.

Dans le cas de diperester, le rapport $M/16$ est remplacé par $M/32$.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999>

8.3 Correction pour tenir compte du TBHP

En présence de traces de TBHP, la teneur en oxygène actif du TBHP seul, $(OA)_{TBHP}$, peut être déterminée selon la méthode donnée dans l'annexe A.

La teneur effective en oxygène actif du perester seul, $(OA)_{PER}$, est obtenue par différence:

$$(OA)_{PER} = (OA)_T - (OA)_{TBHP}$$

La teneur en perester de l'échantillon est alors calculée comme indiqué en 8.2, en remplaçant $(OA)_T$ par $(OA)_{PER}$.

9 Fidélité

Suite à un essai interlaboratoire organisé en France auquel quatre laboratoires ont participé, chacun ayant effectué cinq déterminations sur le même échantillon de perester, la fidélité de la méthode s'exprime de la façon suivante:

Pour une teneur en oxygène actif de l'ordre de 10 %, $s_r = 0,017$, $s_R = 0,035$, $r = 0,05$, $R = 0,1$

où

s_r est l'écart-type intralaboratoire;

s_R est l'écart-type interlaboratoire;

r est la limite de répétabilité, c'est-à-dire la valeur au-dessous de laquelle est censée se trouver la différence entre deux résultats, chacun étant la moyenne de déterminations en double, obtenus sur un matériau

d'essai identique par le même opérateur dans le même laboratoire utilisant le même équipement pendant un court intervalle de temps en appliquant correctement la méthode d'essai normalisée;

R est la limite de reproductibilité, c'est-à-dire la valeur au-dessous de laquelle est censée se trouver la différence entre deux résultats, chacun étant la moyenne de déterminations en double, obtenus sur un matériel identique par différents opérateurs dans différents laboratoires utilisant des équipements similaires pendant un court intervalle de temps en appliquant correctement la méthode d'essai normalisée.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai (type, origine, désignation commerciale, etc.);
- c) résultats individuels et leur moyenne;
- d) date de la détermination;
- e) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ainsi que tout incident susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15038:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b580c5-be1c-4d4a-b0a3-c3ca247ad98a/iso-15038-1999>

Annexe A (normative)

Teneur en oxygène actif de l'hydroperoxyde de *tert*-butyle

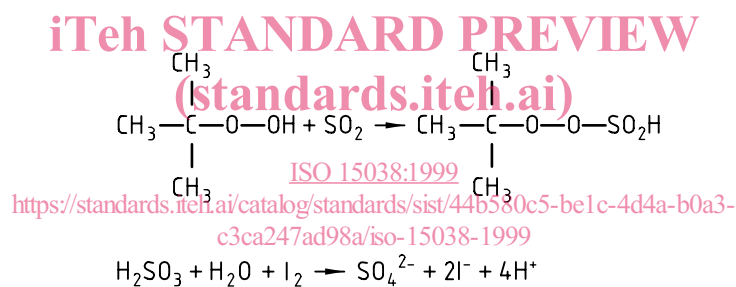
A.1 Domaine d'application

La présente annexe spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en oxygène actif de l'hydroperoxyde de *tert*-butyle (TBHP) contenu dans un perester de *tert*-butyle.

La méthode ne convient pas si d'autres hydroperoxydes, peracides ou peroxydes de cétone sont également présents dans le produit.

A.2 Principe

Le TBHP est réduit en milieu toluène-méthanol par le SO₂ dissous dans un mélange pyridine-méthanol. L'excès de SO₂ est titré par une solution d'iode:



A.3 Réactifs

A.3.1 Eau, de qualité 3 selon l'ISO 3696, utilisée pour préparer toutes les solutions aqueuses qui suivent, ainsi que pour toutes les opérations de dilution et de rinçage.

A.3.2 Toluène, de qualité analytique reconnue.

A.3.3 Iode, solution aqueuse, $c(\text{I}_2) \approx 0,05 \text{ mol/l}$ (durée de vie de la solution: 1 mois). Dissoudre environ 12,7 g d'iode dans 40 g de solution d'iodure de potassium à 500 g/l et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (A.3.1).

A.3.4 Méthanol, de qualité analytique reconnue.

A.3.5 Pyridine, de qualité analytique reconnue.

AVERTISSEMENT — La pyridine est toxique. Éviter toute inhalation de vapeurs et le contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte aspirante ou dans un lieu bien ventilé.

A.3.6 Dioxyde de soufre (SO₂), solution à 0,05 mol/l dans un mélange 10:1 méthanol-pyridine (durée de vie de la solution: 2 semaines).

Pour la préparation de cette solution, il existe deux possibilités:

- **Méthode 1:** ajouter avec précaution 1,5 ml de SO₂ liquide à un mélange constamment agité de 500 ml de méthanol (A.3.4) et de 50 ml de pyridine (A.3.5).
- **Méthode 2:** verser 25 ml de solution commerciale Karl Fischer A dans une fiole jaugée de 1 000 ml, puis compléter au volume avec le mélange 10:1 de méthanol (A.3.4) et de pyridine (A.3.5).

A.4 Appareillage

Appareillage spécifié dans l'article 6, et

- A.4.1 Fiole conique**, de 200 ml de capacité.
- A.4.2 Pipette à un trait**, de 10 ml de capacité.
- A.4.3 Fiole jaugée**, de 1 000 ml de capacité.
- A.4.4 Éprouvettes graduées**, de 25 ml et 50 ml de capacité respective.
- A.4.5 Burette**, de 25 ml de capacité, graduée en 0,05 ml.

A.5 Mode opératoire

Dans la fiole conique (A.4.1), peser, à 0,1 g près, environ 3 g de perester à analyser (choisir l'importance de la prise d'essai de sorte qu'au moins la moitié du SO₂ utilisé pour la réduction soit ultérieurement titré par la solution d'iode).

Ajouter 20 ml de toluène (A.3.2) et agiter modérément afin d'homogénéiser.

À l'aide de la pipette (A.4.2), ajouter 10 ml de la solution de SO₂ à 0,05 mol/l (A.3.6) et bien agiter.

Ajouter 50 ml de méthanol (A.3.4) et titrer avec la solution d'iode à 0,05 mol/l (A.3.3).

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais en omettant la prise d'essai.

A.6 Expression des résultats

La teneur en oxygène actif du TBHP, (OA)_{TBHP}, exprimée en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de l'équation

$$(OA)_{\text{TBHP}} = \frac{(V_4 - V_3) \times c \times 1,6}{m}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'iode (A.3.3) ayant servi à titrer la prise d'essai;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution d'iode ayant servi à titrer le blanc;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution d'iode utilisée;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.