
**Ingrédients de mélange du
caoutchouc — Agents vulcanisants
organiques — Détermination de la teneur
en peroxyde organique**

*Rubber compounding ingredients — Organic vulcanizing agents —
Determination of organic peroxide content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14932:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfac45ad/iso-14932-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-
dabbfac45ad/iso-14932-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfac45ad/iso-14932-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14932:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfa45ad/iso-14932-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
1.1 Méthode par titrage A pour le groupe a) peroxyacétals	1
1.2 Méthode par titrage B pour le groupe b) peroxydes de diacyles	1
1.3 Méthode par titrage C pour le groupe c) peroxydes de diaralkyles et peroxydes d'alkyles et d'aralkyles	1
1.4 Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire pour les peroxydes de dialkyles	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Méthode par titrage A	2
4.1 Objet	2
4.2 Principe	2
4.3 Mode opératoire général	3
4.4 Expression des résultats	3
5 Méthode par titrage B	4
5.1 Objet	4
5.2 Principe	4
5.3 Mode opératoire général	5
5.4 Expression des résultats	5
6 Méthode par titrage C	6
6.1 Objet	6
6.2 Principe	6
6.3 Réactifs	6
6.4 Appareillage	7
6.5 Prétraitement de l'échantillon	7
6.6 Mode opératoire	7
6.7 Expression des résultats	8
7 Détermination de la teneur en 2,5-diméthyl-2,5-di(<i>tert</i>-butylperoxy)hexane	9
7.1 Objet	9
7.2 Principe	9
7.3 Réactifs	9
7.4 Appareillage	9
7.5 Conditions	10
7.6 Mode opératoire	10
7.7 Expression des résultats	11
8 Fidélité	12
9 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Méthode de détermination de la teneur en peroxyacétal	13
Annexe B (normative) Méthode de détermination de la teneur en hydroperoxyde de <i>tert</i>-butyle	17
Annexe C (informative) Méthode de détermination de la teneur en peroxydes de diacyles	21
Annexe D (normative) Préparation de l'échantillon pour la détermination de la teneur en peroxyde dans les mélanges-maîtres de peroxyde	24
Annexe E (normative) Préparation de l'échantillon pour la détermination de la teneur en peroxyde d'alkyle et d'aralkyle dans les polymères	27
Annexe F (informative) Fidélité	29
Bibliographie	34

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14932 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14932:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfa45ad/iso-14932-2012>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Agents vulcanisants organiques — Détermination de la teneur en peroxyde organique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie quatre méthodes de détermination de la teneur en peroxydes organiques des groupes suivants, utilisés comme agents vulcanisants du caoutchouc. Il y a trois méthodes par titrage et une méthode par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

1.1 Méthode par titrage A pour le groupe a) peroxydés

- DTBPC: 1,1-di(*tert*-butyleperoxy)cyclohexane;
- DBPMC: 1,1-di(*tert*-butyleperoxy)-2-méthylcyclohexane;
- DBPTC: 1,1-di(*tert*-butyleperoxy)-3,3,5-triméthylcyclohexane;
- DBPB: 2,2-di(*tert*-butyleperoxy)butane; [ISO 14932:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-14932-2012)
- BPV: 4,4-di(*tert*-butyleperoxy)valérate de butyle. [14932:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-14932-2012)

1.2 Méthode par titrage B pour le groupe b) peroxydes de diacyles

- peroxyde de dibenzoylé;
- peroxyde de di(2,4-dichlorobenzoylé);
- peroxyde de di(4-méthylbenzoylé).

1.3 Méthode par titrage C pour le groupe c) peroxydes de diaralkyles et peroxydes d'alkyles et d'aralkyles

- di(*tert*-butylperoxyisopropyl)benzène;
- peroxyde de dicumyle;
- peroxyde de *tert*-butyle et de cumyle.

1.4 Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire pour les peroxydes de dialkyles

- 2,5-diméthyl-2,5-di(*tert*-butylperoxy)hexane.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

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

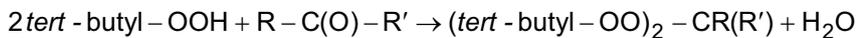
ISO 6353-1, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 oxygène actif d'un peroxyde organique
radical oxygéné libéré par un peroxyde organique et capable d'initialiser la vulcanisation des mélanges de caoutchouc

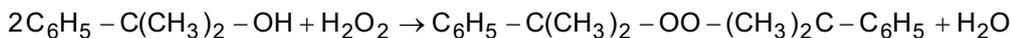
3.2 peroxyacétal
peroxyde obtenu par la réaction d'une cétone avec l'hydroperoxyde de *tert*-butyle (TBHP) selon l'équation suivante:



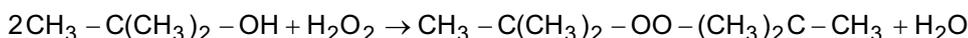
3.3 peroxyde de diacyle
peroxyde obtenu par la réaction du chlorure de benzoyle avec le peroxyde d'hydrogène selon l'équation suivante:



3.4 peroxyde de diaralkyle
peroxyde d'alkyle-aralkyle
peroxyde obtenu par la réaction d'un alcool benzylique avec le peroxyde d'hydrogène en présence d'acide sulfurique, comme montré dans un exemple simple dans l'équation suivante:



3.5 peroxyde de dialkyle
peroxyde obtenu par la réaction d'un alcool butylique tertiaire avec le peroxyde d'hydrogène en présence d'acide sulfurique selon l'équation suivante:



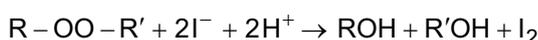
4 Méthode par titrage A

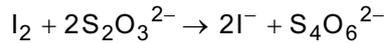
4.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie le mode opératoire pour la détermination de la teneur en peroxyacétals utilisés comme agents vulcanisants organiques du caoutchouc et s'applique aux composés suivants: DTBPC, DBPTC, DBPMC, DBPB et BPV.

4.2 Principe

Les peroxyacétals réagissent avec l'iodure dans un mélange d'acide acétique et d'acide chlorhydrique, dégageant une quantité équivalente d'iode titrée par une solution étalon de thiosulfate de sodium:





Les peroxycétales peuvent contenir des traces d'hydroperoxyde de *tert*-butyle (TBHP) considéré comme impureté. La teneur en TBHP peut être déterminée à l'aide de la méthode donnée dans l'Annexe B. La quantité d'oxygène actif du peroxycétales seul peut alors être obtenue par soustraction et la teneur en peroxycétales est déterminée en divisant cette valeur par la quantité théorique d'oxygène actif.

4.3 Mode opératoire général

Deux modes opératoires sont donnés en exemple, en fonction des conditions employées pour la réaction d'oxydoréduction du peroxycétales avec l'iodure de potassium (voir Méthodes A-1 et A-2 dans l'Annexe A).

Un échantillon d'essai pesé de peroxycétales (m_1) est dissous dans une solution aqueuse d'acide acétique et de chlorhydrate contenant de l'iodure de potassium.

Titre l'iode dégagé avec la solution étalon de thiosulfate de sodium et déterminer le volume nécessaire pour atteindre le point d'équivalence (V_1).

Répéter le même mode opératoire sans l'échantillon de peroxycétales comme essai à blanc et déterminer le volume nécessaire de thiosulfate de sodium pour atteindre le point d'équivalence (V_{b1}).

Déterminer la teneur en TBHP dans l'échantillon (C_{HPO}) (voir Annexe B).

4.4 Expression des résultats

4.4.1 Quantité totale d'oxygène actif

Calculer la quantité totale d'oxygène actif, $A_{\text{O,kt}}$, exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage à 0,1 % près, à l'aide de l'équation suivante: [ISO 14932:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfafe45ad/iso-14932-2012)

$$A_{\text{O,kt}} = \frac{0,000\ 8 \times (V_1 - V_{b1}) \times f_1}{m_1} \times 100$$

où

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai;

V_{b1} est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc;

f_1 est le facteur de la solution de thiosulfate de sodium, défini comme le rapport de la concentration réelle sur la concentration théorique (la normalité est 0,1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'échantillon d'essai;

0,000 8 est le facteur, en grammes par centimètre cube, obtenu comme suit:

$$0,000\ 8 = \frac{15,999\ 4}{2} \times 0,1 \times \frac{1}{1\ 000}$$

où

15,999 4 est la masse atomique de l'oxygène;

0,1 est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

4.4.2 Pureté

Calculer la pureté du peroxycéta1 seul, P_{kt} , exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage à 0,1 % près, à l'aide de l'équation suivante:

$$P_{kt} = \frac{A_{O,kt} - C_{HPO} \times 0,1775}{A_{T,kt}} \times 100$$

où

- $A_{O,kt}$ est la quantité totale d'oxygène actif, en fraction massique en pourcentage;
- C_{HPO} est la teneur en TBHP (voir Annexe B), en fraction massique en pourcentage;
- 0,1775 est la valeur obtenue en divisant la quantité théorique d'oxygène actif de l'hydroperoxyde de *tert*-butyle par 100;
- $A_{T,kt}$ est la quantité théorique d'oxygène actif du peroxycéta1, en fraction massique en pourcentage, obtenue à l'aide de l'équation suivante:

$$A_{T,kt} = \frac{n_1 \times 15,9994}{M_1} \times 100$$

où

- n_1 est le nombre de liaisons peroxyde dans le peroxycéta1;
- M_1 est la masse moléculaire du peroxycéta1 (voir Tableau 1).

Tableau 1 — Masse moléculaire des peroxycéta1s

Peroxycéta1	n_1	M_1	$A_{T,kt}$
DTBPC	2	260,38	12,29
DBPMC	2	274,40	11,66
DBPTC	2	302,46	10,58
DBPB	2	234,34	13,65
BPV	2	334,46	9,57

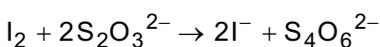
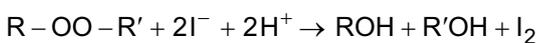
5 Méthode par titrage B

5.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie le mode opératoire pour la détermination de la teneur en peroxydes de diacyles tels que le peroxyde de dibenzoyle utilisés comme agents vulcanisants organiques du caoutchouc.

5.2 Principe

Les peroxydes de diacyles réagissent avec l'iode en milieu solvant, dégageant une quantité équivalente d'iode titrée par une solution étalonnée de thiosulfate de sodium:



La teneur en peroxyde de diacyle est obtenue en divisant la teneur en oxygène actif mesurée par la teneur théorique en oxygène actif.

5.3 Mode opératoire général

Deux modes opératoires sont donnés en exemple, en fonction du solvant employé pour la réaction d'oxydoréduction du peroxyde de diacyle avec l'iodure de potassium (voir Méthodes B-1 et B-2 dans l'Annexe C).

Un échantillon d'essai pesé de peroxyde de diacyle (m_2) est dissous dans de l'acide acétique dilué contenant de l'iodure de potassium.

Titrer l'iode dégagé par l'oxydoréduction du peroxyde de diacyle avec la solution étalon de thiosulfate de sodium et déterminer le volume nécessaire pour atteindre le point d'équivalence (V_2).

Répéter le même mode opératoire sans le peroxyde de diacyle comme essai à blanc et déterminer le volume nécessaire de thiosulfate de sodium pour atteindre le point d'équivalence (V_{b2}).

5.4 Expression des résultats

Calculer la pureté du peroxyde de diacyle, P_{da} , exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage à 0,1 % près, à l'aide de l'équation suivante:

$$P_{da} = \frac{\left[0,000\ 8 \times (V_2 - V_{b2}) \times \frac{f_2}{m_2} \right] \times 100}{A_{T,da}} \times 100$$

où

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai;

V_{b2} est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc;

f_2 est le facteur de la solution de thiosulfate de sodium, défini comme le rapport de la concentration réelle sur la concentration théorique (la normalité est de 0,1);

m_2 est la masse, en grammes, de l'échantillon d'essai;

$A_{T,da}$ est la quantité théorique d'oxygène actif du peroxyde de diacyle, en fraction massique en pourcentage, obtenue à l'aide de l'équation suivante:

$$A_{T,da} = \frac{n_2 \times 15,999\ 4}{M_2} \times 100$$

où

n_2 est le nombre de liaisons de peroxyde dans le peroxyde de diacyle;

M_2 est la masse moléculaire du peroxyde de diacyle (voir Tableau 2);

0,000 8 est le facteur, en grammes par centimètre cube, obtenu à l'aide de l'équation suivante:

$$0,000\ 8 = \frac{15,999\ 4}{2} \times 0,1 \times \frac{1}{1\ 000}$$

où

15,999 4 est la masse atomique de l'oxygène;

0,1 est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

Tableau 2 — Masse moléculaire des peroxydes de diacyles

Peroxyde de diacyle	n_2	M_2	$A_{T,da}$
Peroxyde de dibenzoyle	1	242,23	6,61
Peroxyde de di(2,4-dichlorobenzoyle)	1	380,01	4,21
Peroxyde de di(4-méthylbenzoyle)	1	270,29	5,92

6 Méthode par titrage C

6.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie le mode opératoire pour déterminer la teneur en peroxydes d'alkyle et d'aralkyle, tels que le peroxyde de dicumyle, utilisés comme agents vulcanisants organiques du caoutchouc.

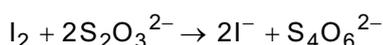
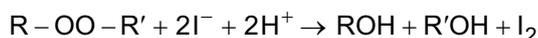
6.2 Principe

Le peroxyde d'alkyle et d'aralkyle est chauffé à reflux sous atmosphère inerte en présence d'acide acétique et d'une quantité définie d'eau contenant de l'iodure de sodium. L'eau est ajoutée au mélange réactionnel afin d'empêcher les réactions secondaires entre l'iodure et les produits de décomposition du peroxyde d'alkyle et d'aralkyle.

Après chauffage à reflux pendant 30 min, le mélange réactionnel est refroidi à température ambiante pour empêcher les réactions secondaires entre l'iode dégagé et les produits de décomposition du peroxyde d'alkyle et d'aralkyle et pour éviter la perte d'iode par volatilisation. Après dilution dans l'eau, l'iode dégagé est titré par une solution étalon de thiosulfate de sodium.

Ce mode opératoire donne une réaction reproductible mais non quantitative en raison des réactions secondaires. Pour cette raison, un facteur spécifique du peroxyde est introduit dans le calcul (voir Tableau 3).

Comme la méthode est empirique, le mode opératoire doit être suivi à la lettre, sinon les facteurs cités ne sont pas valides.



La teneur en peroxydes d'alkyle et d'aralkyle est obtenue en multipliant la teneur en oxygène actif par la masse moléculaire et un facteur spécifique du peroxyde (voir Tableau 3).

6.3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente (qualité 3 ou qualité supérieure telle que spécifiée dans l'ISO 3696:1987).

6.3.1 Acide acétique, glacial.

6.3.2 Iodure de sodium, grossièrement pulvérisé.

6.3.3 Solution de thiosulfate de sodium, solution étalon 0,1 N.

6.3.4 Azote ou dioxyde de carbone, gazeux, en bouteille.

6.3.5 Dioxyde de carbone, sous forme de glace sèche.

6.3.6 Acide oxalique dihydraté, environ 99,8 % en fraction massique.

6.4 Appareillage

- 6.4.1 **Fiole conique**, avec rodage en verre NS 29, de 300 cm³.
- 6.4.2 **Réfrigérant de Liebig**, avec rodage en verre NS 29, d'environ 40 cm de long.
- 6.4.3 **Tube d'admission de gaz en verre**, assez long, monté sur le réfrigérant.
- 6.4.4 **Chauffe-ballon ou plaque chauffante électrique**.
- 6.4.5 **Débitmètre**, capable de mesurer un débit de 10 dm³/h.
- 6.4.6 **Billes de verre**, d'environ 3 mm de diamètre.
- 6.4.7 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.

6.5 Prétraitement de l'échantillon

- 6.5.1 Si l'échantillon est sous forme de poudre cristalline homogène, de liquide ou qu'il est formulé avec des charges inorganiques, aucun prétraitement n'est nécessaire.
- 6.5.2 Si l'échantillon est sous forme de paillettes ou de granules, réduire la taille des particules d'une quantité représentative de l'échantillon à l'aide d'un pilon et d'un mortier.
- 6.5.3 Pour les formulations dans le caoutchouc, voir l'Annexe D.
- 6.5.4 Pour les formulations dans les polymères, voir l'Annexe E.
- 6.5.5 L'homogénéisation du peroxyde solide peut être effectuée par fusion de l'échantillon au bain-marie à 55 °C. La température de l'échantillon ne doit pas dépasser 55 °C et le temps de séjour dans le bain-marie doit être aussi court que possible.

6.6 Mode opératoire

6.6.1 Analyse des échantillons d'essai

- a) Transvaser 50 cm³ d'acide acétique (6.3.1) dans une fiole de 300 cm³ (6.4.1).
- b) Ajouter de la glace sèche (6.3.5). La présence de glace sèche est nécessaire jusqu'à ébullition du mélange réactionnel.
- c) Au bout de 2 min, ajouter 6 g d'iodure de sodium (6.3.2).
- d) Ajouter exactement 3,0 cm³ d'eau et mélanger.
- e) Si le peroxyde de dicumyle est formulé avec du carbonate de calcium ou de l'argile, ajouter 600 mg ± 25 mg d'acide oxalique dihydraté à la solution et mélanger.

NOTE L'acide oxalique dihydraté est ajouté pour neutraliser l'effet du carbonate de calcium ou de l'argile. Une quantité moins importante est insuffisante pour une complexation totale tandis qu'une quantité plus importante entraîne des réactions secondaires avec des facteurs incorrects.

- f) Peser, à 0,1 mg près, dans une capsule de pesée, la quantité d'échantillon d'essai indiquée dans le Tableau 3.
- g) Transvaser le contenu de la capsule dans la fiole et mélanger.

- h) Ajouter quelques billes de verre.
- i) Relier le réfrigérant au tube d'admission de gaz.
- j) Régler le débit de gaz à environ 10 dm³/h et maintenir ce débit jusqu'à la fin du mode opératoire.
- k) Amener rapidement le contenu de la fiole à ébullition et maintenir une ébullition modérée pendant 30 min.
- l) Refroidir rapidement le contenu à environ 20 °C en plaçant la fiole dans un bain d'eau glacée pendant environ 5 min tout en maintenant le débit de gaz.
- m) Ajouter 100 cm³ d'eau par le réfrigérant.
- n) Démontez le réfrigérant de la fiole et procédez immédiatement au titrage par la solution de thiosulfate de sodium (6.3.3) jusqu'à décoloration au point de virage (V_3).

6.6.2 Essai à blanc

Répéter le mode opératoire sans l'échantillon d'essai de peroxyde comme essai à blanc et déterminer le volume nécessaire de thiosulfate de sodium pour atteindre le point d'équivalence (V_{b3}).

6.7 Expression des résultats

6.7.1 Teneur en peroxyde d'aralkyle

Calculer la teneur en peroxyde d'alkyle et d'aralkyle, A_{AA} , exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage, à l'aide de l'équation suivante:

$$A_{AA} = \frac{(V_3 - V_{b3}) \times N \times f_P \times M_3 \times 100}{m_3 \times n_3 \times 2}$$

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14932:2012
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-dabbfafe45ad/iso-14932-2012>

où

V_3 est le volume, en centimètres cubes, de solution de thiosulfate de sodium (6.3.3) utilisée pour l'essai;

V_{b3} est le volume, en centimètres cubes, de solution de thiosulfate de sodium (6.3.3) utilisée pour l'essai à blanc;

N est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

f_P est le facteur spécifique au peroxyde (voir Tableau 3);

M_3 est la masse molaire du peroxyde d'alkyle et d'aralkyle concerné (voir Tableau 3);

m_3 est la masse de l'échantillon, en milligrammes;

n_3 est le nombre de groupes peroxyde du peroxyde concerné (voir Tableau 3).

Tableau 3 — Masse d'échantillon d'essai nécessaire, masse molaire, facteur et nombre de groupes peroxyde des peroxydes d'alkyle et d'aralkyle

Produit	Masse de l'échantillon d'essai m_3 mg	Masse molaire M_3	Facteur f_P	Nombre de groupes peroxyde n_3
Di(<i>tert</i> -butylperoxyisopropyl)benzène	200	338,5	$\frac{100}{87,9} = 1,138$	2
Peroxyde de dicumyle	300	270,4	$\frac{100}{93} = 1,075$	1
Peroxyde de <i>tert</i> -butyle et de cumyle	230	208,3	$\frac{100}{91} = 1,099$	1

7 Détermination de la teneur en 2,5-diméthyl-2,5-di(*tert*-butylperoxy)hexane

7.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie le mode opératoire de détermination d'une teneur en 2,5-diméthyl-2,5-di(*tert*-butylperoxy)hexane comprise entre 35 % en fraction massique et 55 % en fraction massique dans des peroxydes formulés avec de l'huile silicone et de la silice, et entre 40 % en fraction massique et 55 % en fraction massique dans des peroxydes formulés avec de la silice et/ou de la craie et/ou du caoutchouc terpolymère éthylène-propylène-diène (EPDM).

7.2 Principe

ISO 14932:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3a46059-4ed8-49cf-b3d3-4d26f15c411c/iso-14932-2012>

La technique employée est la chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec injection à débit divisé. L'échantillon d'essai est extrait au toluène et analysé sur phase stationnaire apolaire liée chimiquement. La teneur en 2,5-diméthyl-2,5-di(*tert*-butylperoxy)hexane est déterminée par la méthode de l'étalon interne avec le *n*-pentadécane.

7.3 Réactifs

7.3.1 Toluène.

7.3.2 Huile silicone 1 000.

7.3.3 2,5-diméthyl-2,5-di(*tert*-butylperoxy)hexane étalon, de teneur connue. Il convient de conserver de préférence l'étalon au réfrigérateur.

7.3.4 *n*-Pentadécane.

7.4 Appareillage

7.4.1 Chromatographe en phase gazeuse à colonne capillaire, muni d'un injecteur à débit divisé et d'un détecteur à ionisation de flamme.

7.4.2 Système informatique pour chromatographie.

7.4.3 Seringue, de 5 µl, de type à piston.