

NORME INTERNATIONALE

ISO 13885-2

Première édition
2020-07

Chromatographie par perméation de gel (GPC) —

Partie 2: Utilisation du N,N-Diméthylacétamide (DMAC) comme éluant

Gel permeation chromatography (GPC) —

Part 2: N,N-Dimethylacetamide (DMAC) as eluent

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 13885-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020>



Numéro de référence
ISO 13885-2:2020(F)

© ISO 2020

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 13885-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
5.1 Alimentation en éluant	3
5.2 Pompe	3
5.3 Système d'injection	3
5.4 Colonnes de séparation	3
5.5 Dispositif de régulation de la température de colonne	6
5.6 Détecteur	6
6 Réactifs	6
7 Étalonnage de l'appareillage	6
7.1 Généralités	6
7.2 Spécification des étalons	7
7.3 Préparation des solutions d'étalonnage pour injection	8
7.4 Conditions des analyses d'étalonnage	8
7.5 Mesurage du volume d'élution	8
7.6 Traçage de la courbe d'étalonnage	8
8 Échantillonnage	9
9 Préparation de l'essai	9
9.1 Préparation de la solution d'injection	9
9.2 Préparation de l'appareillage	10
10 Paramètres analytiques	10
11 Acquisition et évaluation des données	10
11.1 Généralités	10
11.2 Calcul du chromatogramme net à partir des données brutes	11
11.2.1 Détermination de la ligne de base	11
11.2.2 Correction des valeurs mesurées et du chromatogramme net	11
11.2.3 Limites d'évaluation	11
11.3 Calcul des valeurs moyennes	12
11.4 Calcul des courbes de distribution	13
12 Fidélité	13
12.1 Généralités	13
12.2 Répétabilité	13
12.3 Reproductibilité	14
13 Rapport d'essai	14
13.1 Généralités	14
13.2 Données générales concernant l'équipement et les réglages	15
13.2.1 Données concernant l'équipement utilisé	15
13.2.2 Étalonnage	15
13.2.3 Évaluation	16
13.3 Données particulières concernant l'échantillon	16
Annexe A (informative) Conversion des paramètres expérimentaux pour des colonnes de dimensions différentes	17
Annexe B (informative) Exemple de fiche technique d'un polymère étalon	19
Annexe C (informative) Explications	21

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

ISO 13885-2:2020

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 16, *Analyse chimique*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13885 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Chromatographie par perméation de gel (GPC) —

Partie 2:

Utilisation du N,N-Diméthylacétamide (DMAC) comme éluant

AVERTISSEMENT — Le présent document peut impliquer l'utilisation de matériaux et d'appareils présentant des risques ou l'exécution d'opérations dangereuses. Il ne vise pas à traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme 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

Le présent document spécifie la détermination de la distribution de masses molaires et des valeurs de masse molaire moyenne M_n (moyenne en nombre) et M_w (moyenne en masse) de polymères solubles dans le tétrahydrofurane (THF) par chromatographie de perméation de gel (GPC, de l'anglais «gel permeation chromatography »).

NOTE Également appelée chromatographie d'exclusion stérique (SEC, de l'anglais «size exclusion chromatography »).

Même si les chromatogrammes obtenus présentent une bonne répétabilité, il est possible que cette méthode ne puisse pas être utilisée avec certains types de polymères du fait d'interactions spécifiques (par exemple, adsorption) dans le système échantillon/éluant/colonne.

Les conditions spécifiées dans le présent document ne sont pas applicables à l'analyse GPC d'échantillons de polymères présentant des valeurs M_w supérieures à 10^6 g/mol et/ou de polymères dont les limites d'élution se situent en dehors de la gamme d'étalonnage (voir [Z.6](#) et [Annexe C](#)).

Le présent document n'inclut pas de méthode de correction (par exemple, pour l'élimination d'un élargissement des pics). Si des valeurs absolues de masse molaire sont exigées, une méthode absolue (par exemple, osmométrie à membrane pour M_n ou diffusion de lumière pour M_w) peut être utilisée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essai*

ISO 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 4618 ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1 chromatographie par perméation de gel GPC

séparation de molécules, principalement fondée sur des effets d'exclusion tels que les différences de taille et/ou de forme des molécules (chromatographie d'exclusion stérique) ou de charge (chromatographie d'exclusion ionique)

[SOURCE: ISO 13885-1:2020, 3.1]

3.2 pic système

signal propre à la *chromatographie par perméation de gel* (3.1) employant un détecteur d'indice de réfraction

Note 1 à l'article: Ces signaux apparaissent à la limite de pénétration totale des colonnes et n'appartiennent pas à l'échantillon mais au système global.

[SOURCE: ISO 13885-1:2020, 3.2]

4 Principe

Les molécules (de diverses masses molaires) dissoutes d'un échantillon de polymère sont fractionnées sur un matériau poreux dans une colonne, la séparation se faisant en fonction de la taille de la molécule (ou, plus précisément, selon la taille d'enroulement du polymère obtenue dans cet éluant). Les petites molécules se diffusent dans les pores du matériau de la colonne plus fréquemment et sont donc retardées par rapport aux grosses molécules. Les plus grosses molécules sont donc éluées en premier et les petites molécules après. Dans les conditions d'essai spécifiées, le volume d'élution ne dépend que de la taille d'enroulement de la molécule.

La teneur en polymère d'un échantillon est déterminée, puis l'échantillon est dilué dans l'éluant à une concentration de moins de 5 g/l et une aliquote de l'échantillon dilué est injectée dans le système GPC. La concentration des molécules qui sont éluées de la colonne est mesurée par ordre décroissant de taille d'enroulement à l'aide d'un détecteur sensible à la concentration (généralement, un réfractomètre différentiel). À partir d'une courbe d'étalonnage qui a été établie pour le système GPC donné et du chromatogramme obtenu, la distribution relative de masses molaires, les grandeurs relatives M_n et M_w et l'hétérogénéité ou polydispersité M_w/M_n sont calculées.

5 Appareillage

L'appareillage doit être constitué des composants présentés sur la [Figure 1](#), lesquels sont décrits ci-après.

Tous les composants en contact avec l'éluant ou la solution d'échantillon doivent être résistants et ne doivent en aucun cas présenter d'effets d'adsorption ou d'effets mémoire.

L'éluant décrit à l'[Article 6](#) peut provoquer une corrosion à long terme. Par conséquent, il est nécessaire que tous les composants soient constitués d'acier ou de titane de haute qualité et que les modules individuels soient reliés les uns aux autres par des capillaires constitués d'acier ou de titane de haute qualité.

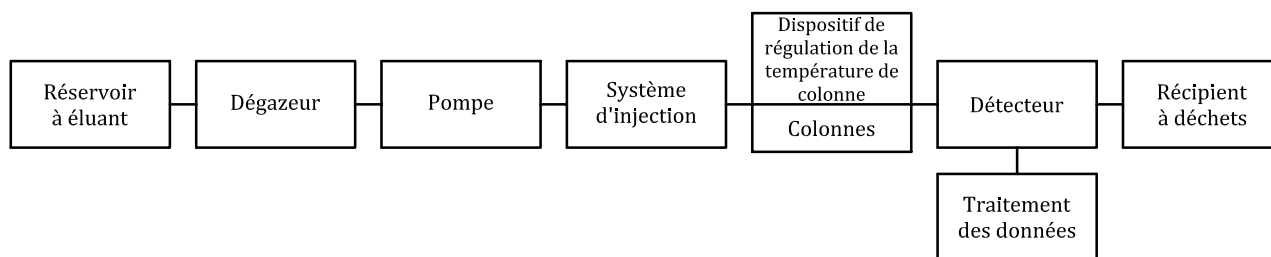


Figure 1 — Schéma d'un appareillage de GPC

5.1 Alimentation en éluant

Le réservoir à éluant doit protéger convenablement l'éluant vis-à-vis des influences externes telles que l'atmosphère et la lumière, si nécessaire à l'aide d'une couche de gaz inerte au-dessus du niveau du liquide.

Le réservoir à éluant doit contenir une quantité suffisante d'éluant pour permettre à l'appareillage d'atteindre l'équilibre et réaliser plusieurs analyses répétitives.

L'éluant doit être dégazé, soit avant son introduction dans le réservoir, soit au moyen d'un dispositif intégré entre le réservoir et la pompe, afin d'éviter tout dysfonctionnement de la pompe ainsi que la formation de bulles dans le détecteur. Le choix de la méthode de dégazage utilisée (par exemple, barboteur, purge en ligne à l'hélium, ou dégazage sous vide) est laissé à discrétion.

5.2 Pompe

La pompe doit délivrer un débit d'éluant à travers la colonne de séparation aussi régulier et le moins pulsatile que possible. Le débit doit être de 1 ml/min (voir [Annexe A](#)). Pour satisfaire à ces exigences, la pompe doit fonctionner à efficacité optimale à ce débit.

Le débit de la pompe utilisée doit présenter une variation d'au maximum 0,1 %.

5.3 Système d'injection

Le système d'injection sert à introduire une quantité donnée de la solution d'échantillon dans le flux d'éluant de manière rapide et régulière. Cette introduction peut être effectuée soit manuellement, soit automatiquement.

Si l'introduction est réalisée manuellement, veiller à ce que la boucle d'échantillonnage soit entièrement remplie de solvant avant le chargement de l'échantillon.

Les effets mémoire des précédentes solutions d'échantillon dans le système d'injection doivent être évités par des mesures de conception ou par une purge adéquate.

5.4 Colonnes de séparation

L'appareillage doit comporter une ou plusieurs colonnes en série, remplies d'un matériau poreux sphérique, le diamètre des pores correspondant à la taille des molécules polymères à analyser.

Le matériau de remplissage se compose généralement d'un copolymère styrène/divinylbenzène (S/DVB), produit par un procédé de polymérisation spécial, qui ne gonfle que légèrement dans l'éluant et ne peut donc pas se déformer sous la pression engendrée au débit habituellement fixé à 1 ml/min.

Outre ces particules de copolymère S/DVB sphérique macroporeux, des matériaux de remplissage à base d'autres monomères organiques ou de dioxyde de silicium (silice) sont également utilisés. Le prérequis pour leur utilisation est qu'aucune interaction d'adsorption ne doit survenir entre leur

surface et les molécules polymères de l'échantillon. De plus, l'échantillon en cours d'analyse ne doit pas être modifié, que ce soit chimiquement ou structuellement, dans le système chromatographique.

Certains polymères interagissent avec la surface du matériau de remplissage (par exemple, par adsorption) et d'autres effets peuvent parfois interférer avec le mécanisme de séparation de la CPG. Des précisions sur ces effets et des notes sur les possibles remèdes sont données à l'[Annexe C](#). S'il est envisagé de comparer des analyses de tels polymères menées par différents laboratoires, ces derniers doivent convenir des détails des conditions d'essai qui ne sont pas couvertes par le présent document.

Pour une bonne répétabilité des résultats d'essai, il est nécessaire de satisfaire aux exigences minimales spécifiées ci-après en ce qui concerne l'élargissement des pics (exprimées en termes de nombre de plateaux théoriques) et l'efficacité de séparation.

a) Nombre de plateaux théoriques

Le nombre de plateaux théoriques, N , doit être déterminé, pour l'appareillage utilisé par mètre de colonne utilisée, à partir de la largeur de pic à mi-hauteur (voir [Figure 2](#)). Injecter jusqu'à 20 µl d'une solution de benzoate de méthyle (concentration minimale de 5 g/l) dans la colonne (voir [Annexe A](#)) et évaluer le chromatogramme obtenu dans les mêmes conditions que celles utilisées pour analyser les polymères, à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$N = 5,54 \times \left(\frac{V_e}{W_{1/2}} \right)^2 \times \frac{100}{L} \quad (1)$$

où

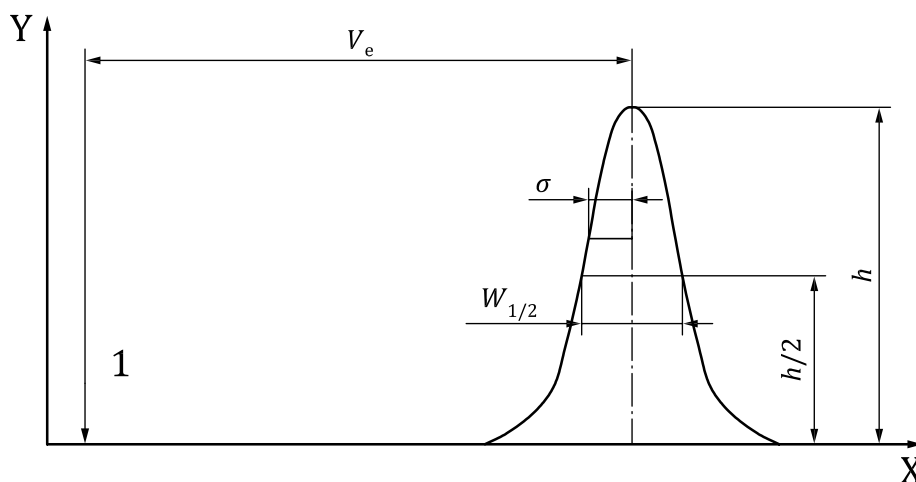
V_e est le volume d'élution correspondant au sommet du pic;

$W_{1/2}$ est la largeur de pic à mi-hauteur (voir [Figure 2](#)); les mêmes unités doivent être utilisées pour V_e et $W_{1/2}$;

L est la longueur de la colonne (de la combinaison de colonnes), en centimètres.

Déterminer le résultat, le nombre de plateaux théoriques par mètre de longueur de colonne. Pour satisfaire aux exigences du présent document, une combinaison de colonnes doit avoir au moins 15 000 plateaux théoriques par mètre.

NOTE Voir [Annexe C](#) en cas de front diffus ou de traînée (asymétrie) du pic utilisé pour calculer le nombre de plateaux.



Légende

X	volume d'élution
Y	intensité du pic
1	injection
V_e	volume d'élution correspondant au sommet du pic
$W_{1/2}$	largeur de pic à mi-hauteur du pic
h	hauteur maximale du pic
σ	écart-type

Figure 2 — Détermination du nombre de plateaux théoriques par la méthode de la largeur de pic à mi-hauteur

b) Efficacité de séparation

Pour garantir une résolution convenable, la courbe d'étalonnage $\log_{10} M$ en fonction du volume d'élution, V_e de la combinaison de colonnes utilisée ne doit pas dépasser une pente spécifiée. Pour les besoins du présent document, la relation de la [Formule \(2\)](#) doit s'appliquer à la zone du sommet du pic de l'échantillon de polymère étudié.

$$\frac{V_{e,M_x} - V_{e,(10 \times M_x)}}{A_c} > 6,0 \quad (2)$$

où

V_{e,M_x} est le volume d'élution du poly(méthacrylate de méthyle) de masse molaire M_x , en centimètres cubes;

$V_{e,(10 \times M_x)}$ est le volume d'élution de 10 fois cette masse molaire, en centimètres cubes;

A_c est l'aire de section de la colonne, exprimée en centimètres carrés;

M_x est la masse molaire du poly(méthacrylate de méthyle); elle doit être choisie de sorte que le sommet du pic de l'échantillon de polymère étudié se situe approximativement à mi-chemin entre ces deux volumes d'élution.