ISO/TC 35

Date: 2020-07

ISO 13885-2:2020(F)

ISO/TC 35/SC /GT 4

Secrétariat: NEN

Chromatographie par perméation de gel (GPC) — Partie 2: Utilisation du N,N-diméthylacétamide (DMAC) comme éluant

Gel permeation chromatography (GPC) — Part 2: N,N-Dimenthylacetamide (DMAC) as ~~eluen~~eluent

~~ICS : 87.060.20~~

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Type du document : Norme internationale
Sous-type du document :
Stade du document : (60) Publication
Langue du document : F

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Type du document : Norme internationale
Sous-type du document :
Stade du document : (60) Publication
Langue du document : F

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Ch. de Blandonnet 8 CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

www.iso.org

Publié en Suisse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

Sommaire

Page

Avant-propos 6

1 Domaine d'application 1
2 Références normatives 1
3 Termes et définitions 2
4 Principe 2
5 Appareillage 3
5.1 Alimentation en éluant 3
5.2 Pompe 3
5.3 Système d'injection 4
5.4 Colonnes de séparation 4
5.5 Dispositif de régulation de la température de colonne 6
5.6 Détecteur 6
6 Réactifs 7
7 Étalonnage de l'appareillage 7
7.1 Généralités 7
7.2 Spécification des étalons 7
7.3 Préparation des solutions d'étalonnage pour injection 8
7.4 Conditions des analyses d'étalonnage 9
7.5 Mesurage du volume d'élution 9
7.6 Traçage de la courbe d'étalonnage 9
8 Échantillonnage 10
9 Préparation de l'essai 10
9.1 Préparation de la solution d'injection 10
9.2 Préparation de l'appareillage 10
10 Paramètres analytiques 11
11 Acquisition et évaluation des données 11
11.1 Généralités 11
11.2 Calcul du chromatogramme net à partir des données brutes 12
11.2.1 Détermination de la ligne de base 12
11.2.2 Correction des valeurs mesurées et du chromatogramme net 12
11.2.3 Limites d'évaluation 12
11.3 Calcul des valeurs moyennes 13
11.4 Calcul des courbes de distribution 14
12 Fidélité 15
12.1 Généralités 15
12.2 Répétabilité 15
12.3 Reproductibilité 15
13 Rapport d'essai 16
13.1 Généralités 16
13.2 Données générales concernant l'équipement et les réglages 16

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...60a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

© ISO 2020 – Tous droits réservés

13.2.1 Données concernant l'équipement utilisé **16**
13.2.2 Étalonnage **16**
13.2.3 Évaluation **17**
13.3 Données particulières concernant l'échantillon **17**

Annexe A (informative) **Conversion des paramètres expérimentaux pour des colonnes de dimensions différentes** **19**

Annexe B (informative) **Exemple de fiche technique d'un polymère étalon** **21**

Annexe C (informative) **Explications** **23**

Bibliographie **30**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

© ISO 2020 – Tous droits réservés

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 ~~le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/avant-propos~~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~~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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2223e9e0-a1e9-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

© ISO 2020 – Tous droits réservés

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 7.6 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 ~~definitions.~~ définitions*

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-

© ISO 2020 – Tous droits réservés

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 ~~http://www.electropedia.org/~~ 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]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

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.

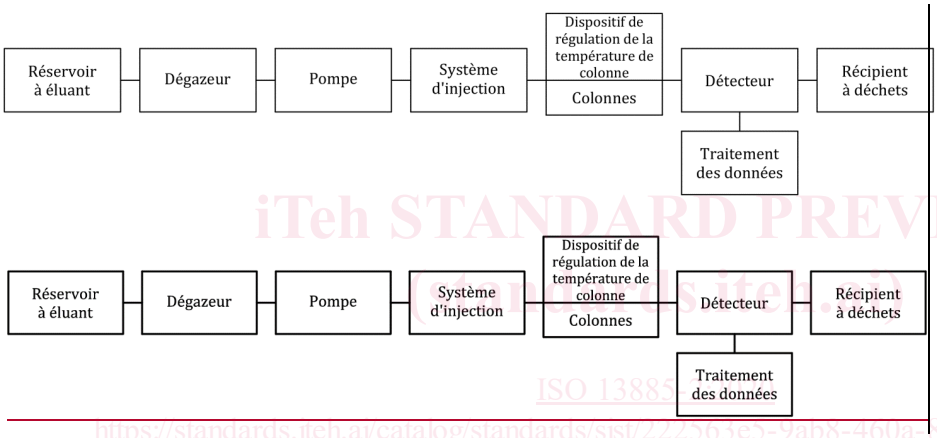
 © ISO 2020 – Tous droits réservés

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.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

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 efficience optimale à ce débit.

© ISO 2020 – Tous droits réservés

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 structurellement, 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):

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

où

© ISO 2020 – Tous droits réservés

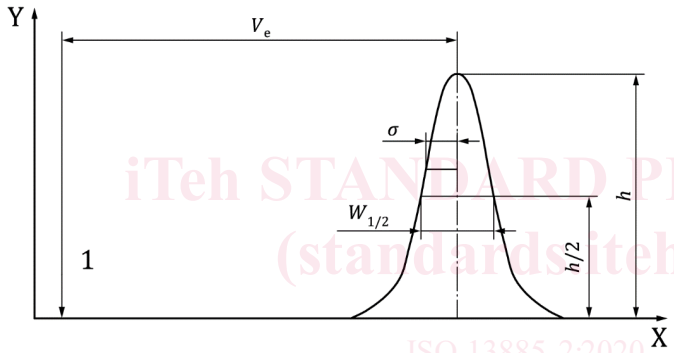
V_e est le volume d'élution correspondant au sommet du pic;

$W_{1/2}$ 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.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-a4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

Légende

~~x~~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.

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

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.

5.5 Dispositif de régulation de la température de colonne

Réaliser l'essai à 80 °C. La température de la colonne ne doit pas fluctuer de plus de 1 °C au cours de l'analyse (voir Annexe C). Les analyses d'étalonnage et d'échantillon doivent être effectuées à la même température.

NOTE Cette spécification de 80 °C est davantage détaillée à l'Annexe C.

5.6 Détecteur

Utiliser un détecteur à réfractomètre différentiel. Le volume de la cellule ne doit pas dépasser 0,010 ml.

NOTE Voir Annexe C en ce qui concerne la restriction à un seul type de détecteur.

Si des échantillons de copolymère ou des mélanges de polymères sont analysés, veiller à ce que tous les constituants donnent un facteur de réponse similaire (rapport du signal du détecteur sur la concentration d'analyte dans l'éluat ou, dans le cas d'un réfractomètre différentiel, incrément d'indice de réfraction spécifique dn/dc), c'est-à-dire veiller à ce que la relation des facteurs de réponse k_i ou k_j des constituants i ou j respectivement respecte-:

$$0{,}2 \le \frac{k_i}{k_j} \le 5 \qquad (3)$$

Si le rapport des facteurs de réponse ne s'inscrit pas dans cette plage lors de l'analyse d'une série d'échantillons, un détecteur différent ou une combinaison appropriée de détecteurs peuvent être utilisés. S'il est envisagé de comparer les résultats obtenus par différents laboratoires pour une telle série d'échantillons, le type de détecteur doit être convenu. En cas d'utilisation d'un détecteur différent, les motifs de cette utilisation doivent être consignés dans le rapport d'essai. Voir Annexe C.

La réponse du détecteur obtenue en injectant les quantités spécifiées dans le présent document doit, au plus faible réglage d'amortissement électronique, présenter un niveau de bruit inférieur à 1 % de la hauteur maximale du pic de polymère. Le niveau de bruit étant influencé par les variations de pression, de température et de débit, notamment pour le réfractomètre différentiel, des mesures adaptées doivent être prises pour maintenir une température constante et pour limiter les impulsions.

Les signaux du détecteur sont enregistrés au moyen d'un système d'acquisition de données électronique (voir Article 11 pour de plus amples détails).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13885-2:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/222563e5-9ab8-460a-8f4c-ba6f9ca88f13/iso-13885-2-2020

 © ISO 2020 – Tous droits réservés