NORME INTERNATIONALE

ISO 10927

Deuxième édition
2018-06

Plastiques — Détermination de la masse moléculaire et de la distribution des masses moléculaires des polymères par spectrométrie de masse, à temps de vol, après désorption/ionisation laser assistée par matrice (SM-MALDI-TOF)

Plastics — Determination of the molecular mass and molecular mass distribution of polymer species by matrix-assisted laser desorption/ionization time-of-flight mass spectrometry (MALDI-TOF-MS)

Numéro de référence
ISO 10927:2018(F)

© ISO 2018



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, Geneva
Tél.: +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**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
5 Réactifs **2**
5.1 Matrices 2
5.2 Solvants 3
5.3 Sels 3
5.4 Étalons de masse moléculaire 3
6 Appareillage **3**
6.1 Généralités 3
6.2 Chambre d'introduction de l'échantillon/cible 3
6.3 Source laser 4
6.4 Tube de vol 4
6.5 Détecteur 4
6.6 Enregistrement de données 4
6.7 Traitement des données 5
7 Mode opératoire **5**
7.1 Généralités 5
7.2 Préparation des échantillons 5
7.2.1 Généralités 5
7.2.2 Préparation des solutions polymère/matrice/sels 5
7.2.3 Dépôt de l'échantillon sur la plaque porte-échantillon (cible) 6
7.2.4 Préparation et dépôt des solutions biopolymère/matrice 6
7.3 Paramétrage des instruments 6
7.4 Enregistrement des spectres 7
8 Acquisition et traitement des données **8**
8.1 Généralités 8
8.2 Étalonnage 8
8.2.1 Généralités 8
8.2.2 Étalonnage de l'axe de masse à l'aide d'étalons de polymère synthétique 8
8.2.3 Étalonnage de l'axe de masse à l'aide d'étalons de biopolymère 8
8.2.4 Méthode d'auto-étalonnage 8
8.3 Établissement de la courbe d'étalonnage 9
8.4 Étalonnage de l'axe d'intensité du signal 9
9 Expression des résultats **9**
9.1 Calcul de la distribution des masses moléculaires 9
9.2 Calcul des masses moléculaires moyennes 9
10 Fidélité **9**
11 Rapport d'essai **9**
Annexe A (normative) **Étalons** **11**
Annexe B (informative) **Données de fidélité** **12**
Bibliographie **13**

© ISO 2018 – 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 (CEI) 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.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10927:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique pour mettre à jour la Figure 1 et 6.7 sur le traitement des données.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Introduction

La masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires d'un polymère synthétique constituent des caractéristiques fondamentales résultant du processus de polymérisation. Celles-ci peuvent être utilisées pour une grande variété de corrélations dans le cadre d'études fondamentales ainsi que pour des applications relatives à la transformation et aux produits. La détermination de la masse moléculaire et de la distribution des masses moléculaires est utilisée dans le contrôle qualité des polymères et à des fins de spécification dans la commercialisation des polymères. L'utilisation de conditions de mesure normalisées ainsi que de méthodes de préparation des échantillons et de la matrice identiques permet de garantir la comparabilité des résultats obtenus par SM-MALDI-TOF dans divers laboratoires. Le classement de la SM-MALDI-TOF comme méthode équivalente (normalisée) aux autres méthodes établies de caractérisation des polymères pourrait se traduire par une augmentation significative de l'utilisation de la SM-MALDI-TOF.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Plastiques — Détermination de la masse moléculaire et de la distribution des masses moléculaires des polymères par spectrométrie de masse, à temps de vol, après désorption/ ionisation laser assistée par matrice (SM-MALDI-TOF)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode générale permettant de déterminer la masse moléculaire moyenne et la distribution des masses moléculaires moyennes de polymères (voir Référence [1]) comprises entre 2 000 g · mol^{-1} et 20 000 g · mol^{-1} par spectrométrie de masse, à temps de vol, après désorption/ionisation laser assistée par matrice (SM-MALDI-TOF).

Les masses moléculaires et les distributions des masses moléculaires moyennes sont calculées à partir d'une courbe d'étalonnage établie à l'aide d'étalons de polymères synthétiques et/ou de biopolymères. Par conséquent, la présente méthode est classée comme méthode relative.

La présente méthode n'est pas applicable aux polyoléfines et aux polymères ayant une polydispersité > 1,2.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 472, *Plastiques — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 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:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— Plateforme de consultation en ligne ISO: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp

3.1
spectrométrie de masse, à temps de vol, après désorption/ionisation laser assistée par matrice SM-MALDI-TOF
technique de spectrométrie de masse dans laquelle la séparation repose sur des temps de vol différents dans un tube de vol sans champ en fonction de la masse d'ions polymères formés après ionisation par laser, désorption et accélération par une tension élevée

3.2
masse moléculaire moyenne en nombre
M_n

$$M_n = \frac{\sum_{i=1}^{\infty}(N_i \times M_i)}{\sum_{i=1}^{\infty} N_i}$$

© ISO 2018 – Tous droits réservés

où N_i est le nombre de molécules de l'espèce i de masse moléculaire M_i

3.3
masse moléculaire moyenne en masse
M_w

$$M_w = \frac{\sum_{i=1}^{\infty}\left(N_i \times M_i^{\,2}\right)}{\sum_{i=1}^{\infty}\left(N_i \times M_i\right)} = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} m_i \times M_i}{\sum_{i=1}^{\infty} m_i}$$

où

N_i est le nombre de molécules de l'espèce i de masse moléculaire M_i;

m_i est la masse de la i^e espèce (c'est-à-dire $m_i = N_i M_i$)

3.4
masse moléculaire moyenne en z
M_z

$$M_z = \frac{\sum_{i=1}^{\infty}\left(N_i \times M_i^{\,3}\right)}{\sum_{i=1}^{\infty}\left(N_i \times M_i^{\,2}\right)} = \frac{\sum_{i=1}^{\infty}\left(m_i \times M_i^{2}\right)}{\sum_{i=1}^{\infty} m_i \times M_i} = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} z_i \times M_i}{\sum_{i=1}^{\infty} z_i}$$

où

N_i est le nombre de molécules de l'espèce i de masse moléculaire M_i;

m_i est la masse de la i^e espèce (c'est-à-dire $m_i = N_i M_i$);

z_i $= m_i M_i / \Sigma m_i$

4 Principe

Le procédé MALDI implique la désorption et l'ionisation d'un analyte dispersé dans une matrice composée de petites molécules organiques. La matrice doit pouvoir absorber l'énergie laser. Un sel métallique peut être ajouté pour le transfert de protons à l'analyte. Un polymère est co-crystallisé ou co-mélangé à la molécule composant la matrice et déposé sur la cible. Une brève impulsion laser UV est utilisée pour la désorption de la matrice et de l'analyte. L'énergie laser est transférée aux molécules composant la matrice, ce qui provoque leur vaporisation. L'analyte et les molécules composant la matrice sont désorbés de la surface de la cible pour former un plasma. Les molécules de polymère ne se dégradent pas en raison du temps de désorption très court. Le polymère dans le plasma gagne un proton et est accéléré grâce à une tension élevée, parcourt le tube de vol sans champ et est détecté à l'extrémité de celui-ci. Le temps de vol de l'espèce est une mesure de sa masse. La distribution des masses du polymère est déterminée à partir de la distribution et de l'étalonnage des temps de vol d'étalons de masse connue.

5 Réactifs

5.1 Matrices

De l'acide 2,5-dihydroxy-benzoïque (acide gentisique, DHB), 2-[(2E)-3-(4-*tert*-butylphényl)-2-méthylprop-2-énylidène]malononitrile (DCTB) et du 1,8,9-trihydroxyanthracène (dithranol) sont les matrices recommandées pour la présente méthode. La pureté minimale de ces matières doit être d'au minimum 97 %. Elles doivent être stockées dans un congélateur et amenées à température ambiante juste avant utilisation.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés