

# NORME INTERNATIONALE

**ISO  
10315**

Première édition  
1991-08-01

---

---

## **Cigarettes — Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

***Cigarettes — Determination of nicotine in smoke condensates —  
Gas-chromatographic method***

ISO 10315:1991

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/e3c9e8f3-dc78-4f17-8802-e50a5bbac53f/iso-10315-1991>



Numéro de référence  
ISO 10315:1991(F)

## 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 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 10315 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, en collaboration avec le Centre de coopération pour les recherches scientifiques relatives au tabac (CORESTA).

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

## Introduction

La présente Norme internationale peut être considérée comme faisant partie d'une série, élaborée par l'ISO/TC 126, décrivant la détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine dans un condensat de fumée de cigarette. Cette série comprend:

ISO 3308:1991<sup>1)</sup>, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes — Définitions et conditions normalisées.*

ISO 3402:1991<sup>1)</sup>, *Tabac et produits du tabac — Atmosphère de conditionnement et d'essai.*

ISO 4387:1991<sup>1)</sup>, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine.*

ISO 8243:1991<sup>1)</sup>, *Cigarettes — Échantillonnage.*

ISO 10315:1991, *Cigarettes — Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

ISO 10362-1:1991, *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée — Partie 1. Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

L'annexe A fournit des informations sur l'utilisation de cette méthode en association, ou simultanément, avec la méthode de dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse, spécifiée dans l'ISO 10362-1.

L'annexe B se réfère à l'ISO 3400, relative à la détermination des alcaloïdes, alors que l'ISO 10315 ne détermine que la nicotine par séparation par chromatographie en phase gazeuse. Parfois, des différences peuvent se présenter en raison de faibles quantités d'alcaloïdes autres que la nicotine dans certains types de tabac.

1) À publier.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 10315:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3c9e8f3-dc78-4f17-8802-e50a5bbac53f/iso-10315-1991>

# Cigarettes — Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

## 1 Domaine d'application

présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de la nicotine dans les condensats de fumée de cigarettes par chromatographie en phase gazeuse. Le fumage de cigarettes et la collecte du courant principal de fumée sont normalement effectués conformément à l'ISO 4387. Néanmoins, la méthode est également applicable au dosage de la nicotine dans les condensats de fumée de cigarettes obtenus par un fumage non-normalisé.

NOTE 1 Dans les pays qui ne sont pas en mesure d'utiliser la méthode par chromatographie en phase gazeuse, référence doit être faite à l'ISO 3400 pour le dosage des alcaloïdes nicotiques totaux. En pareil cas, les valeurs obtenues par la méthode de l'ISO 3400 peuvent être utilisées moyennant l'adjonction d'une note lors de l'expression des résultats.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4387:1991<sup>2)</sup>, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine.*

ISO 8243:1991<sup>2)</sup>, *Cigarettes — Échantillonnage.*

2) À publier.

## 3 Principe

Dissolution du condensat de fumée du courant principal de fumée dans un solvant. Dosage de la teneur en nicotine d'une partie aliquote de cette solution par chromatographie en phase gazeuse et calcul de la teneur en nicotine de l'ensemble du condensat de fumée.

## 4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

### 4.1 Gaz vecteur.

Hélium ou azote.

### 4.2 Gaz auxiliaires.

Pour le détecteur à ionisation de flamme, air et hydrogène de qualité supérieure.

### 4.3 Propane 2-ol.

Teneur maximale en eau: 1,0 mg/cm<sup>3</sup>.

### 4.4 Étalon interne.

*n*-Heptadécane ou quinaldine (d'une pureté d'au moins 99 %).

### 4.5 Solvant d'extraction.

Propane 2-ol (4.2) contenant 0,5 g par litre d'étalon interne (4.4).

### 4.6 Substance de référence.

Nicotine (d'une pureté d'au moins 98 %). La conserver entre 0 °C et + 4 °C et à l'abri de la lumière.

#### 4.7 Solutions d'étalonnage.

Dissoudre la nicotine (4.6) dans le solvant (4.5) pour produire une série d'au moins quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations couvrent la gamme attendue dans la prise d'essai (généralement 0,02 mg par cm<sup>3</sup> à 2,0 mg par cm<sup>3</sup>). Conserver ces solutions entre 0 °C et + 4 °C, à l'abri de la lumière.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et appareils suivants:

**5.1 Chromatographe**, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un enregistreur ou d'un intégrateur.

**5.2 Colonne**, d'un diamètre interne compris entre 2 mm et 4 mm et d'une longueur de 1,5 m à 2 m de préférence. Phase stationnaire: 10 % PEG 20 000 plus 2 % d'hydroxyde de potassium sur un support 80 mesh à 100 mesh silanisé et lavé à l'acide.

#### NOTES

2 La colonne est faite de préférence en verre mais d'autres matériaux comme l'acier inoxydable désactivé ou le nickel peuvent être utilisés. D'autres phases stationnaires, comme le Versamid 900 à 2 %<sup>3)</sup> plus 1 % d'hydroxyde de potassium ou des taux plus faibles en PEG 20 000 avec ou sans hydroxyde de potassium, peuvent être utilisées. Si d'autres phases stationnaires sont utilisées, il sera nécessaire de s'assurer que le pic de la nicotine est bien résolu par rapport aux pics dus à d'autres constituants de la fumée, à l'étalon interne et au solvant.

3 D'autres colonnes ont été proposées et étudiées par CORESTA.

### 6 Mode opératoire

#### 6.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai par dissolution du condensat de fumée obtenu par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes dans 20 cm<sup>3</sup>, pour un disque de 44 mm, ou dans 50 cm<sup>3</sup>, pour un disque de 92 mm, du solvant (4.5) pour obtenir la concentration en nicotine adaptée à la courbe d'étalonnage (6.3). L'analyse doit être effectuée aussi rapidement que possible mais, si l'entreposage est inévitable, stocker l'échantillon à une température comprise entre 0 °C et 4 °C, à l'abri de la lumière. Pour le fumage normalisé, se référer à l'ISO 4387.

3) Versamid 900 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

#### 6.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareil en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse, l'enregistreur ou l'intégrateur et l'échantillonneur automatique (si on en utilise un) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer que les pics du solvant, de l'étalon interne, de la nicotine et des autres composants de la fumée, en particulier le néophytadiène, sont bien résolus.

Les conditions opératoires sont:

- Température de la colonne: 170 °C (isotherme)
- Température de l'injecteur: 250 °C
- Température du détecteur: 250 °C
- Gaz vecteur: Azote ou hélium, à un débit d'environ 30 cm<sup>3</sup> par min
- Volume injecté: 2 µl

En respectant les conditions précitées, la durée de l'analyse est d'environ 6 min à 8 min.

#### 6.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions étalons (4.7) dans le chromatographe. Noter les aires (ou les hauteurs) des pics de la nicotine et de l'étalon interne. Effectuer la détermination au moins deux fois.

Calculer les rapports du pic de la nicotine au pic de l'étalon interne à partir des valeurs des aires (ou des hauteurs) du pic pour chacune des solutions étalons. Tracer la courbe des concentrations en nicotine, en fonction des rapports d'aires ou calculer une équation de régression linéaire (concentration en nicotine en fonction des rapports d'aires) à partir de ces valeurs. La courbe doit être linéaire et la régression doit passer par l'origine. Utiliser la pente de l'équation de régression.

Effectuer quotidiennement cette procédure complète d'étalonnage. Injecter, en outre, une partie aliquote d'une solution étalon de concentration intermédiaire tous les 20 échantillons. Si la concentration calculée pour cette solution diffère de plus de 3 % de la valeur initiale, répéter toute la procédure d'étalonnage.

## 6.4 Détermination

Injecter des parties aliquotes (2  $\mu$ l) de la prise d'essai (6.1) dans le chromatographe. Calculer les rapports du pic de la nicotine au pic de l'étalon interne à partir de la valeur de l'aire de ces pics (ou de leur hauteur).

Effectuer deux déterminations sur la même prise d'essai (6.1).

Calculer la valeur moyenne du rapport à partir des deux déterminations.

## 7 Expression des résultats

Calculer la concentration en nicotine dans la prise d'essai en utilisant la courbe ou l'équation de régression linéaire préparée en 6.3. À partir de la concentration en nicotine dans la prise d'essai, calculer la quantité de nicotine dans le condensat de la fumée. En déduire la quantité dans les cigarettes fumées. Exprimer les résultats d'essai en milligrammes par cigarette, pour chaque canal à 0,01 mg près, et la moyenne par cigarette à 0,1 mg près.

## 8 Répétabilité et reproductibilité

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international, avec la participation de 30 laboratoires et portant sur 6 échantillons, a été mené en 1990 et montre que lorsque des cigarettes sont fumées selon l'ISO 4387, et que les solutions de fumée en résultant sont analysées selon cette méthode, on obtient les valeurs suivantes pour la répétabilité ( $r$ ) et la reproductibilité ( $R$ ).

La différence entre deux résultats individuels trouvés pour des échantillons appariés de cigarettes par un opérateur utilisant le même appareillage dans le laps de temps le plus court possible, excède la valeur ( $r$ ) de la répétabilité, en moyenne pas plus d'une fois sur vingt, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

Des résultats individuels sur des échantillons appariés de cigarettes obtenus par deux laboratoires différents de plus de la valeur ( $R$ ) de la reproductibilité, en moyenne pas plus d'une fois sur vingt, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

L'analyse des données a permis d'obtenir les estimations figurant dans le tableau 1.

Tableau 1

Taux moyen de nicotine mg	Conditions de répétabilité $r$	Conditions de reproductibilité $R$
0,091	0,040	0,069
0,179	0,046	0,069
0,326	0,050	0,076
0,673	0,077	0,109
0,835	0,079	0,142
1,412	0,107	0,195

Pour l'établissement du calcul de  $r$  et  $R$ , un résultat d'essai a été défini comme le taux moyen obtenu par fumage de 20 cigarettes en une seule série.

Pour plus de détails sur l'interaction de  $r$  et  $R$  avec d'autres facteurs, voir le rapport CORESTA 91/1.

La question des tolérances due à l'échantillonnage est traitée dans l'ISO 8243.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit donner le rendement en nicotine par cigarette fumée, ainsi que la méthode utilisée, et inclure toutes les conditions pouvant avoir une influence sur le résultat (par exemple, pression atmosphérique pendant le fumage). Il doit, en outre, donner tous les détails nécessaires à l'identification des cigarettes fumées.

**Annexe A**  
**(informative)**

**Utilisation de cette méthode en association, ou simultanément, avec la méthode de dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse**

Cette méthode peut être utilisée en association avec la méthode de dosage de l'eau dans les condensats de fumée par chromatographie en phase gazeuse spécifiée dans l'ISO 10362-1. Cela peut se faire par

- a) adjonction d'une quantité convenable de l'étalon interne prescrit pour le dosage de l'eau dans le solvant, décrit en 4.5;
- b) utilisation, de préférence de l'hélium, comme gaz vecteur;
- c) injection d'une partie aliquote de la solution de condensat de fumée dans une colonne pour

l'analyse de l'eau, cette colonne étant reliée à un détecteur à conductivité thermique, ainsi que dans la colonne et le détecteur pour la nicotine décrits dans cette méthode.

Une analyse automatisée simultanée de la nicotine et de l'eau peut être réalisée à l'aide d'un système diviseur ou d'un échantillonneur automatique avec deux positions d'injection. Lorsque la nicotine et l'eau sont dosées successivement sur le même échantillon, le dosage de l'eau doit être effectué en premier, afin d'éviter une absorption d'eau par l'échantillon, qui affecterait le résultat final.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 10315:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3c9e8b-dc78-4f17-8802-e50a5bbac53f/iso-10315-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3c9e8b-dc78-4f17-8802-e50a5bbac53f/iso-10315-1991>



**Annexe B**  
(informative)

**Bibliographie**

- [1] ISO 3400:1989, *Cigarettes — Détermination des alcaloïdes dans les condensats de fumée — Méthode spectrométrique.*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 10315:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e3c9e8f3-dc78-4f17-8802-e50a5bbac53f/iso-10315-1991>