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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10315:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-
c0ef20c7ef80/iso-10315-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10315:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000>

© ISO 2000

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 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 3.

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 de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 10315 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10315:1991), laquelle a fait l'objet d'une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 10315:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000>

Introduction

La présente Norme internationale peut être considérée comme appartenant à une série élaborée par l'ISO/TC 126 et 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 les Normes internationales suivantes:

ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315 et ISO 10362-1.

Une Norme internationale apparentée, l'ISO 3400, détermine les alcaloïdes totaux, alors que la présente Norme internationale ne détermine que la nicotine au moyen de la séparation par chromatographie en phase gazeuse. Parfois, des différences peuvent apparaître en raison de faibles quantités d'alcaloïdes autres que la nicotine dans certains types de tabac.

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

Une bibliographie se trouve à la fin de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10315:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie 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 décrite dans la présente Norme internationale est également applicable au dosage de la nicotine dans les condensats de fumée obtenus par un fumage non normalisé.

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

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 4387, *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 13276, *Tabac et produits du tabac — Détermination de la pureté de la nicotine — Méthode gravimétrique à l'acide tungstosilicique.*

3 Principe

Dissolution du condensat de fumée provenant du courant principal dans un solvant contenant un étalon interne. Détermination 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

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 4.1 **Gaz vecteur:** hélium ou azote de grande pureté.
- 4.2 **Gaz auxiliaires:** air et hydrogène de grande pureté pour le détecteur à ionisation de flamme.
- 4.3 **Propane-2-ol,** avec une teneur maximale en eau de 1,0 mg/ml.

4.4 Étalon interne: *n*-heptadécane ou quinaldine (d'une pureté d'au moins 99 %).

La carvone, le *n*-octadécane ou d'autres étalons internes appropriés peuvent être utilisés après évaluation de la pureté et détermination de l'absence de coélution de l'étalon interne avec d'autres composants dans l'extrait de fumée. Il convient de contrôler la cohérence de l'aire du pic de l'étalon interne sur les échantillons. Si l'on constate des incohérences, il est recommandé de procéder à une analyse d'un extrait d'échantillon de fumée sans étalon interne dans la solution d'extraction afin de confirmer l'absence de pic dans l'extrait de fumée éluant en même temps que l'étalon interne (voir l'article 9).

4.5 Solvant d'extraction: propane-2-ol (4.3) contenant l'étalon interne en concentration appropriée (4.4) qui se situe, en général, dans une plage comprise entre 0,2 mg/ml et 0,5 mg/ml.

Un solvant conservé à l'extérieur du laboratoire contrôlé en température doit être parvenu à l'équilibre à (22 ± 2) °C avant utilisation.

4.6 Substance de référence: nicotine de pureté connue et vérifiée selon l'ISO 13276.

Conserver la substance de référence à une température comprise entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière.

Il est également permis d'utiliser le salicylate de nicotine, de pureté connue et vérifiée selon l'ISO 13276.

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 plage attendue dans la prise d'essai (généralement 0,02 mg/ml à 2,0 mg/ml). Conserver ces solutions à une température comprise entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière.

Laisser le solvant et les solutions conservés à basses températures parvenir à l'équilibre à (22 ± 2) °C avant utilisation.

ISO 10315:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa499727-62e1-42c4-b553-c0ef20c7ef80/iso-10315-2000>

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un enregistreur et d'un intégrateur ou de tout autre dispositif approprié d'acquisition et de traitement des données (voir l'article 9).

5.2 Colonne, de diamètre intérieur compris entre 2 mm et 4 mm et, de préférence, de 1,5 m à 2 m de longueur.

Il est préférable d'utiliser une colonne en verre mais d'autres matériaux tels que l'acier inoxydable désactivé ou le nickel peuvent être utilisés. Phase stationnaire: 10 % de PEG 20 000 plus 2 % d'hydroxyde de potassium sur un support de 150 µm (100 mesh) à 190 µm (80 mesh), silanisé et lavé à l'acide (voir également l'article 9).

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant le condensat de fumée, obtenu par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes, dans un volume fixe de solvant (4.5), de 20 ml pour des disques de 44 mm ou de 50 ml pour des disques de 92 mm, en s'assurant que le disque est entièrement recouvert. Le volume peut être ajusté afin d'obtenir une concentration en nicotine adaptée à la courbe d'étalonnage (voir 6.3), à condition de disposer d'un volume suffisant pour l'extraction effective du condensat de fumée. Effectuer l'analyse aussi rapidement que possible, mais si l'entreposage est inévitable, conserver l'échantillon à une température comprise entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière. Pour le fumage normalisé, se reporter à l'ISO 4387.

6.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareil en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (5.1) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer de la bonne résolution des pics du solvant, de l'étalon interne, de la nicotine et des autres composants de la fumée, en particulier le néophytadiène, qui sont susceptibles d'apparaître, dans certaines circonstances, sur la traînée du pic de la nicotine (voir également l'article 9).

Des conditions opératoires appropriées sont les suivantes:

- température de la colonne: 170 °C (isotherme);
- température de l'injecteur: 250 °C;
- température du détecteur: 250 °C;
- gaz vecteur: hélium ou azote, à un débit d'environ 30 ml/min;
- volume injecté: 2 µl.

En respectant les conditions précitées, la durée de l'analyse est d'environ 6 min à 8 min (voir également l'article 9).

6.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter successivement une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions d'étalonnage (voir 4.7) dans le chromatographe. Enregistrer les aires (ou les hauteurs) des pics de la nicotine et de l'étalon interne (4.4). 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 d'étalonnage. Tracer la courbe des concentrations en nicotine en fonction des rapports des aires ou calculer une équation de régression linéaire (concentration en nicotine en fonction des rapports des aires) à partir de ces valeurs. Il convient que la courbe soit linéaire et que la régression passe par l'origine. Utiliser la pente de l'équation de régression.

Effectuer quotidiennement cette procédure complète d'étalonnage. Injecter, en plus, 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 µl) 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 (ou de la hauteur) de ces pics.

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

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

Lorsque les résultats sont obtenus à partir d'un certain nombre de canaux de fumage distincts et si l'on utilise un échantillonneur automatique, une seule partie aliquote des pièges à fumée est jugée suffisante.

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 fumée. En déduire la quantité dans les cigarettes fumées. Exprimer les résultats d'essai en milligrammes par cigarette, m_N , pour chaque canal, à 0,01 mg près, et la moyenne par cigarette, à 0,1 mg près.

8 Répétabilité et reproductibilité

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

La différence entre deux résultats individuels obtenus sur des échantillons de cigarettes appariés, par un opérateur, utilisant le même appareillage, dans le laps de temps le plus court possible, n'excédera la limite de répétabilité (r) qu'en moyenne une fois au plus sur vingt lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

Les résultats individuels obtenus sur des échantillons de cigarettes appariés, enregistrés par deux laboratoires, différeront de plus de la limite de reproductibilité (R) qu'en moyenne une fois au plus sur vingt lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

L'analyse des données a permis d'obtenir les estimations récapitulées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Estimations fournies par l'analyse des données

Valeur moyenne m_N mg par cigarette	Limite de répétabilité r mg par cigarette	Limite de reproductibilité R mg par cigarette
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 les besoins du calcul de r et de R , un résultat d'essai a été défini comme étant le taux moyen obtenu par fumage de 20 cigarettes en une seule série.

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

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

9 Autres modes opératoires par chromatographie en phase gazeuse et précautions d'analyse

9.1 Généralités

D'autres colonnes de chromatographie en phase gazeuse, tant remplies que capillaires, conviennent pour effectuer le dosage de la nicotine dans les condensats de fumée. Si on les utilise, il est nécessaire de s'assurer que les pics dus à la nicotine et à l'étalon interne sont bien résolus à partir des pics dus à d'autres composants de la fumée et au solvant.

Les données mentionnées à l'article 8 renvoient à la colonne de référence; les données appropriées pour ces autres modes opératoires ne sont pas encore disponibles.

9.2 Autres colonnes

9.2.1 Colonnes remplies

Les phases stationnaires suivantes peuvent remplacer celles indiquées en 5.2:

- 2 % Versamid 900¹⁾ plus 1 % d'hydroxyde de potassium, ou
- 7 % de PEG 20 000 plus 3 % d'éther de polyphényle (6 noyaux), ou
- des taux de remplissage plus faibles en PEG 20 000 (avec ou sans hydroxyde de potassium).

9.2.2 Colonnes capillaires

Des colonnes capillaires en silice fondue (diamètre intérieur compris entre 0,2 mm et 0,53 mm), avec une épaisseur de film inférieure ou égale à 1 µm, peuvent être utilisées pour l'analyse des composés polaires.

Des phases stationnaires en poly(éthylène glycol) à base désactivée telles que CAM (J & W Scientific)¹⁾, Carbowax-amine (Supelco)¹⁾, Stabilowax-DB (Restek)¹⁾ et CP WAX-51 (Chrompack)¹⁾ donnent des valeurs analogues à celles fournies par la colonne remplie de PEG 20 000 avec hydroxyde de potassium mentionnée en 9.2.1.

9.3 Systèmes d'injection

Les colonnes décrites en 9.2.1 et 9.2.2 nécessitent l'utilisation de systèmes d'injection qui leur sont propres. Les conditions opératoires appropriées peuvent varier en fonction du type de colonne utilisé et nécessiter une optimisation selon les instructions du fabricant. La température du four en isotherme ou la programmation de température du four, les temps de maintien, la nature du gaz vecteur et sa vitesse linéaire, ainsi que le rapport de fuite doivent être réglés pour le type de colonne capillaire utilisé. Par exemple, pour une colonne capillaire de 15 m, de 0,32 mm de diamètre intérieur avec une épaisseur de film de 0,25 µm, les conditions types pourraient être les suivantes :

- température du four: 160 °C (maintenue pendant 4,5 min), puis portée à 200 °C à raison de 30 °C/min (et maintenue pendant 1,5 min);
- gaz vecteur: hélium, à un débit linéaire d'environ 25 mm/s;
- rapport de fuite: 20:1.

Dans les conditions ci-dessus, la durée de l'analyse est d'environ 7 min à 8 min.

9.4 Autres étalons internes

D'autres étalons internes ont également été évalués. Il s'agit de la carvone, de la quinaldine et du *n*-octadécane. Ils peuvent être utilisés après évaluation de leur pureté et après un contrôle permettant de s'assurer qu'ils ne coéluent pas avec d'autres composants dans l'extrait de fumée analysé. Il convient de veiller à ce que l'aire du pic de l'étalon interne reste cohérente sur l'ensemble des échantillons.

Si l'on constate des incohérences, il convient d'effectuer l'analyse d'un échantillon de fumée sans étalon interne dans la solution d'extraction afin de confirmer l'absence de pic dans l'extrait de fumée éluant en même temps que l'étalon interne.

1) Ces appellations commerciales sont des exemples de produits appropriés disponibles 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 des produits ainsi désignés.