
**Fumée de tabac ambiante — Dosage de
la nicotine et de la 3-éthénylpyridine en
phase vapeur dans l'air — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Environmental tobacco smoke — Determination of vapour phase
nicotine and 3-ethenylpyridine in air — Gas-chromatographic method*

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

ISO 18145:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003>



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 18145:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003>

© ISO 2003

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 22 749 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	1
5 Limites et détection	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	4
8 Échantillonnage	5
8.1 Étalonnage de la pompe d'échantillonnage individuel	5
8.2 Préparation des tubes adsorbants et de la pompe d'échantillonnage individuel	6
8.3 Prélèvement des échantillons	6
9 Analyses	7
9.1 Généralités	7
9.2 Désorption et extraction de la résine adsorbante	7
9.3 Chargement de l'échantillonneur automatique	7
9.4 Dosage par chromatographie en phase gazeuse (GC) de la nicotine et de la 3-éthénylpyridine	7
10 Expression des résultats	9
10.1 Calcul de l'efficacité de la désorption	9
10.2 Calcul de la concentration en analyte dans l'échantillon	10
10.3 Calcul de la teneur en analyte dans l'air	11
11 Critères de performance des laboratoires et assurance qualité	11
12 Répétabilité et reproductibilité	11
13 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Critères de performance des laboratoires — Mesures d'assurance qualité	13
Bibliographie	15

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 18145 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18145:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003>

Introduction

La nicotine et la 3-éthénylpyridine (3-EP) sont couramment utilisées comme indicateurs de la fumée de tabac ambiante (FTA). La nicotine et la 3-EP sont hautement sélectives pour la fumée de tabac et ont toutes deux été utilisées comme marqueurs de la FTA de l'air à l'intérieur d'un lieu clos. Parmi les attributs d'un indicateur FTA idéal, on compte la nécessité d'être spécifique ou hautement sélectif pour la fumée de tabac, de se trouver à des concentrations suffisantes dans l'air pour être facilement mesuré à des taux d'enfumage réalistes et de rester dans des proportions constantes par rapport aux autres composants de la FTA pour divers mélanges de tabac et des conditions ambiantes variées (voir [1]). Bien que la nicotine soit le marqueur le plus couramment utilisé, elle ne constitue pas le marqueur idéal pour différentes raisons, en particulier à cause de ses tendances à l'adsorption, et d'un taux de décroissance non prévisible. La mesure des concentrations de nicotine peut sous-estimer la FTA pendant l'émission de fumée, à cause de la capacité d'adsorption de la nicotine sur les matériaux de construction et sur le mobilier et ainsi se trouver soustraite de la FTA plus rapidement que la plupart des autres composants. D'autre part, une surestimation de la FTA peut être le résultat d'une lente désorption de nicotine au fil du temps. La mesure de concentrations de nicotine est une preuve quasi évidente de la consommation de tabac. Cependant, les concentrations de nicotine n'indiquent pas nécessairement la présence ou la concentration d'autres composants de la FTA. En revanche, la 3-EP s'est avérée capable de représenter exactement la phase vapeur de la FTA mesurée par le CO et par la réponse du FID (détecteur à ionisation de flamme) (voir [2]). Du fait de cette corrélation, la 3-EP peut être un meilleur indicateur de la FTA (voir [3], [4], [5], [6], [7]).

Les fortes concentrations de FTA sont devenues problématiques en raison de leurs effets potentiels sur la santé à cause des gênes et irritations éprouvées par les individus. En conséquence, il est prioritaire d'établir des méthodes fiables pour estimer les niveaux de FTA. Bien que sans rapport avec la FTA, un seuil de tolérance de la nicotine dans les lieux de travail a été établi à 0,5 mg/m³ par le NIOSH (National Institute for Occupational Safety and Health) aux États-Unis. Pour divers environnements clos, les concentrations de nicotine observées peuvent aller de non détectée (ND) à environ 70 µg/m³, avec des valeurs habituellement situées en bas de cette échelle (voir [8], [9]). Étant donné que l'on trouve généralement de faibles concentrations de nicotine, il est souvent nécessaire d'avoir recours à des procédures d'analyse et des équipements plus sophistiqués pour quantifier la nicotine dans l'air à l'intérieur d'un lieu clos. D'autres méthodes ont également été mentionnées (voir [10], [11], [12], [13], [14]).

On trouve environ 95 % de la nicotine FTA en phase vapeur dans les aérosols. La nicotine peut être prélevée efficacement par échantillonnage de l'air à l'aide de tubes adsorbants. Des études antérieures indiquent que la totalité de la phase particulaire de la FTA nouvellement générée n'est pas piégée par la résine adsorbante (voir [11], [15]). Un autre rapport a suggéré que le piégeage de la matière particulaire par les supports adsorbants était pratiquement quantitatif (voir [16]). Les concentrations en 3-éthénylpyridine rencontrées dans les environnements réels correspondent en général à un tiers de celles en nicotine, et on les trouve uniquement dans la phase vapeur (voir [10], [17]). Cette méthode a été utilisée dans de nombreuses études sur la FTA en environnement réel (voir [9], [18], [19]).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18145:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003>

Fumée de tabac ambiante — Dosage de la nicotine et de la 3-éthénylpyridine en phase vapeur dans l'air — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'échantillonnage et de dosage de la nicotine et de la 3-éthénylpyridine (3-EP) dans la fumée de tabac ambiante (FTA). Cette méthode est applicable à des échantillonnages portatifs ou fixes.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

[ISO 18145:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f7ac2be-07fb-4b34-b5c7-c9303dc9c4a2/iso-18145-2003>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

fumée de tabac ambiante

FTA

mélange de fumée du courant principal exhalée, diluée et vieillie et de fumée secondaire diluée et vieillie

3.2

détecteur thermo-ionique

NPD

dispositif de détection à haute sensibilité et sélectif utilisé pour les composés organiques contenant de l'azote et du phosphore

4 Principe

La méthode d'essai se base sur le prélèvement de nicotine et de 3-EP par adsorption sur une résine, l'extraction de la nicotine et de la 3-EP de la résine adsorbante et la détermination par chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détection sélective d'azote (voir [3]). Un tube d'échantillonnage adsorbant, à travers lequel un volume d'air connu est envoyé, est utilisé pour adsorber la nicotine et la 3-EP présentes dans l'air à l'intérieur d'un lieu clos. Une fois l'échantillonnage terminé, le contenu du tube est transféré dans un flacon de 2 ml pour échantillonneur automatique. La désorption s'obtient à l'aide d'une solution d'acétate d'éthyle contenant 0,01 % de triéthylamine et une concentration donnée de quinoléine (étalon interne). On injecte dans le chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur thermo-ionique une partie aliquote

de l'échantillon désorbé. Des rapports de superficie ayant été obtenus à partir de l'injection d'étalons sont comparés aux aires de pics de nicotine et de 3-EP résultants, après division par l'aire de pic de l'étalon interne.

5 Limites et détection

La méthode définie dans la présente Norme internationale permet d'estimer la concentration en nicotine et en 3-EP avec les limites inférieures suivantes. À un débit d'échantillonnage de 1,0 l/min, les limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ) sont les suivantes:

- a) pour la nicotine
 - 0,17 µg/m³ (LOD) et 0,56 µg/m³ (LOQ) pour une période d'échantillonnage de 1 h, et
 - 0,02 µg/m³ (LOD) et 0,07 µg/m³ (LOQ) pour une période d'échantillonnage de 8 h;
- b) pour la 3-EP
 - 0,08 µg/m³ (LOD) et 0,28 µg/m³ (LOQ) pour une période d'échantillonnage de 1 h, et
 - 0,01 µg/m³ (LOD) et 0,03 µg/m³ (LOQ) pour une période d'échantillonnage de 8 h.

Il est possible de réduire à la fois les LOD et les LOQ en augmentant la sensibilité du détecteur thermo-ionique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

6.1 Adsorbant, billes copolymère divinylbenzène-polystyrène macroréticulaires, de 420 nm à 841 nm (20/40 mesh), superficie moyenne de 725 m²/g.¹⁾

6.2 Air comprimé, comme gaz de détection (< 0,1 ppm d'hydrocarbures).

6.3 Acétate d'éthyle, de qualité chromatographique.

6.4 4-Éthénylpyridine (4-EP), 95 %, isomère de 3-éthénylpyridine disponible sur le marché.

6.5 Hélium comprimé, pour le gaz vecteur ou le gaz d'appoint du détecteur, ou les deux, qualité 99,995 %.

6.6 Hydrogène comprimé, comme gaz de détection, qualité 99,995 %.

6.7 Nicotine, 99 %.

6.8 Quinoléine (étalon interne), 99 %.

6.9 Triéthylamine, 99 %.

1) XAD-4 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.

6.10 Solutions d'acétate d'éthyle modifié

6.10.1 Solution d'acétate d'éthyle modifié (avec étalon interne).

À une bouteille d'acétate d'éthyle de 4 l juste ouverte, ajouter 0,5 ml de triéthylamine et 30 µl de quinoléine (8 µg/ml environ). Agiter ou remuer pour mélanger. Le solvant est modifié avec une fraction volumique de 0,01 % de triéthylamine pour empêcher toute adsorption de nicotine sur les parois en verre des flacons (voir [20]).

Entreposer cette solution dans le réfrigérateur (à environ 4 °C) lorsqu'elle n'est pas utilisée. Préparer une nouvelle solution au moins tous les 12 mois.

6.10.2 Solution d'acétate d'éthyle modifié (sans étalon interne).

À une bouteille d'acétate d'éthyle de 4 l juste ouverte, ajouter 0,5 ml de triéthylamine. Agiter ou remuer pour mélanger.

6.11 Solutions étalons de nicotine et de 4-EP

Afin de conserver la quantité d'étalon interne constante pour les étalons et les échantillons, le même lot de solvant modifié utilisé pour préparer des solutions étalons doit être utilisé pour extraire les échantillons. Par conséquent, chaque fois qu'un nouveau lot de solvant modifié est préparé, il faut préparer un nouveau lot de solutions étalons. Dans le cas contraire, si les étalons et les échantillons contiennent des quantités différentes d'étalon interne, on doit connaître avec précision les quantités exactes contenues dans les deux solutions et on doit modifier la régression et les équations figurant en 10.2 pour qu'elles reflètent les différentes concentrations d'étalon interne.

6.11.1 Étalon primaire de nicotine (standards.iteh.ai)

Préparer un étalon primaire de nicotine (400 µg/ml) en pesant 100 mg de nicotine directement dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer avec du solvant (6.10.1) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

6.11.2 Étalon primaire de 4-EP.

Préparer un étalon primaire de 4-EP (500 µg/ml) en pesant 100 mg de 4-EP dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer avec du solvant (6.10.1) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

6.11.3 Étalon secondaire de nicotine et de 4-EP.

Préparer un étalon secondaire de nicotine (4,8 µg/ml) et de 4-EP (2 µg/ml) en transférant 3,0 ml d'étalon primaire de nicotine et 1,0 ml d'étalon primaire de 4-EP dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer avec du solvant (6.10.1) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

6.11.4 Étalons de travail de nicotine et de 4-EP.

Préparer cinq étalons de travail couvrant la plage attendue de concentration des échantillons en transférant les volumes définis d'étalon secondaire (6.11.3) dans des fioles jaugées de 100 ml. Diluer avec du solvant

(6.10.1) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger. Les volumes recommandés sont 100,0 ml, 30,0 ml, 15,0 ml, 6,0 ml et 2,0 ml; ils correspondent respectivement aux concentrations de 6,0 µg/1,25 ml, 1,80 µg/1,25 ml, 0,90 µg/1,25 ml, 0,36 µg/1,25 ml et 0,12 µg/1,25 ml pour la nicotine et aux concentrations de 2,5 µg/1,25 ml, 0,75 µg/1,25 ml, 0,375 µg/1,25 ml, 0,15 µg/1,25 ml et 0,05 µg/1,25 ml pour la 4-EP.

Conserver ces étalons dans des bocaux à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'ils ne sont pas utilisés, les entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer de nouveaux étalons au moins tous les 6 mois.

6.12 Étalons de dopage de nicotine et de 4-EP (sans étalon interne)

6.12.1 Étalon primaire de dopage de nicotine.

Préparer un étalon primaire de dopage de nicotine (400 µg/ml) en pesant 100 mg de nicotine directement dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer avec du solvant (6.10.2) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

6.12.2 Étalon primaire de dopage de 4-EP.

Préparer un étalon primaire de dopage de 4-EP (500 µg/ml) en pesant 100 mg de 4-EP directement dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer avec du solvant (6.10.2) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

6.12.3 Étalon secondaire de dopage de nicotine et de 4-EP

Préparer un étalon secondaire de dopage de nicotine (9,6 µg/ml) et de 4-EP (4,0 µg/ml) en transférant respectivement 6,0 ml et 2,0 ml d'étalons primaires de dopage de nicotine et de 4-EP dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer avec du solvant (6.10.2) jusqu'au repère, puis agiter pour mélanger.

Conserver cet étalon dans un bocal à couvercle vissé en verre borosilicaté faiblement actinique et, lorsqu'il n'est pas utilisé, l'entreposer dans un congélateur (à -10 °C ou inférieur). Préparer un nouvel étalon au moins tous les 6 mois.

7 Appareillage

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

7.1 Système de prélèvement

7.1.1 Débitmètre à bulles ou **débitmètre massique**, pour étalonner la pompe d'échantillonnage.

7.1.2 Bouchons en plastique, pour boucher les tubes adsorbants après échantillonnage.

7.1.3 Pompe d'échantillonnage individuel, pompe d'échantillonnage portable à débit constant, étalonnée au débit souhaité (jusqu'à 1,5 l/min).

7.1.4 Outil à couper les tubes de verre, pour casser les extrémités scellées des tubes adsorbants.

7.1.5 Support de tube, pourvu d'une pince permettant d'attacher le tube à un tissu ou à des objets.

7.1.6 Tube adsorbant, tube en verre aux deux extrémités scellées à la flamme, long d'environ 7 cm avec un diamètre extérieur de 6 mm, un diamètre intérieur de 4 mm et contenant une section de 120 mg de résine

adsorbante²⁾. La résine est maintenue dans le tube en verre à l'aide d'un bouchon de laine de verre (sortie) et à l'aide d'un bouchon de laine de verre et d'un ressort de blocage métallique (entrée).

7.2 Système analytique

7.2.1 Chromatographe en phase gazeuse, avec un détecteur thermo-ionique (NPD) et un échantillonneur automatique (facultatif).

7.2.2 Colonne de chromatographie en phase gazeuse, colonne capillaire de silice fondue, de 30 m de longueur et de 0,32 mm de diamètre intérieur, imprégnée d'une couche de phényle méthylpolysiloxane à 5 % de 1,0 µm d'épaisseur.

7.2.3 Système d'acquisition des données chromatographiques, pour mesurer électroniquement les aires de pic.

7.2.4 Récipients d'échantillons, fioles en verre borosilicaté pour échantillonneur automatique, de 2 ml de capacité, fermetures en septum revêtu de PTFE.

7.3 Pipettes distributrices, de 1,25 ml de capacité.

7.4 Lime triangulaire, pour inciser et casser des tubes échantillons.

7.5 Pinces, pour transférer le contenu des tubes adsorbants du tube dans le flacon pour échantillonneur automatique.

7.6 Outil pour retirer la laine de verre, pour transférer le contenu des tubes adsorbants du tube dans le flacon pour échantillonneur automatique.

7.7 Agitateur oscillant «wrist-action», pour l'extraction par le solvant.

7.8 Pipettes à un trait, conformes à la classe A de l'ISO 648:1977.

7.9 Fioles jaugées à un trait, conformes à la classe A de l'ISO 1042:1998.

8 Échantillonnage

8.1 Étalonnage de la pompe d'échantillonnage individuel

Régler le potentiomètre de la pompe d'échantillonnage de l'air au débit indiqué ($\leq 1,5$ l/min).

Étalonner la pompe d'échantillonnage individuel avant et immédiatement après l'échantillonnage. Pour ce faire, connecter le débitmètre à l'entrée du tube adsorbant. Mesurer le débit avec le tube adsorbant préparé et placé entre la pompe et le débitmètre.

Si un débitmètre massique est utilisé, consigner le débit volumétrique (q_V) de la pompe d'échantillonnage de l'air. Si un débitmètre à bulles est utilisé, faire apparaître plusieurs bulles de savon dans le débitmètre et les laisser humidifier la surface avant d'enregistrer toute mesure réelle. Mesurer, à l'aide d'un chronomètre, le temps nécessaire à une bulle de savon pour parcourir un volume connu. Effectuer cinq mesurages répétés et calculer le temps moyen.

2) Produit référence 226-170 disponible auprès de SKC, Inc., Eighty Four, Pennsylvania, États-Unis. 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.