



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 10315

ISO/TC 126

Secrétariat: DIN

Début de vote
2011-10-07

Vote clos le
2012-03-07

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

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

[Révision de la deuxième édition (ISO 10315:2000) et de l'ISO 10315:2000/Cor.1:2000]

ICS 65.160

PREVIEW
iTech STANDARD
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5b85376-76dd-491c-958e-d0ecc80c5f9d/iso-10315-2013>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5b85376-76dd-491c-958e-d0ec80c5f9d4/iso-10315-2013>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareil	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Prise d'essai	3
6.2 Mise en marche de l'appareillage	3
6.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse	3
6.4 Détermination	3
7 Expression des résultats	4
8 Répétabilité et reproductibilité	4
9 Autres modes opératoires par chromatographie en phase gazeuse et précautions d'analyse	5
9.1 Généralités	5
9.2 Autres colonnes	5
9.3 Systèmes d'injection	5
9.4 Autres étalons internes	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Utilisation de la présente méthode en association avec le dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse	7
Bibliographie	8

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 10315:2000), dont le paragraphe 4.6 a fait l'objet d'une révision technique. Le corrigendum technique 1 :2000-11-15 concernant le paragraphe 9.3 et l'Amendement 1 relatif à l'introduction ont été pris en compte.

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 exempte de nicotine (NFPDM) 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.

Aucun régime de fumage mécanique ne peut reproduire tous les comportements des fumeurs :

- il est recommandé que les cigarettes soient également soumises à essai dans des conditions d'intensité de fumage mécanique différentes de celles spécifiées dans la présente Norme internationale ;
- les essais de fumage mécanique permettent de caractériser les émissions de cigarettes pour des besoins de conception et de réglementation, cependant, communiquer aux fumeurs les résultats de mesurages sur machine peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risques selon les marques ;

les données d'émission de fumée obtenues à partir des mesurages sur machine peuvent être utilisées comme données de base pour l'évaluation des dangers du produit, mais elles ne constituent pas des mesures valables de l'exposition des individus ou des risques, et ce n'est pas leur but. C'est faire un usage impropre des essais réalisés conformément aux normes ISO que de communiquer les différences de mesures sur machine entre différents produits comme des différences de niveaux d'exposition ou de risque.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5b85376-76dd-491c-958e-d0ec80c5f9d4/iso-10315-2013>

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 la norme 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 décrite dans l'ISO 3400 peuvent être utilisées, moyennant l'ajout d'une note lors de l'expression des résultats.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application de la présente Norme. Pour les références datées, seule l'édition associée est valable. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence (y compris les amendements) s'applique.

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'échantillon 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 à 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 d'au moins 98 %.

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 d'au moins 98 %.

NOTE La pureté de la nicotine ou du salicylate de nicotine peut être vérifiée selon l'ISO 13276 ou par toute autre méthode validée.

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.

Un solvant et des solutions conservés à basse température doivent être parvenus à l'équilibre à (22 ± 2) °C avant utilisation.

5 Appareil

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 Étalonage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter successivement une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions d'étalonnage (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).