

ISO/TC 126/SC 3

~~ISO 20714:2019(F)~~

Deleted: Date: 2019-05-21¶

Deleted: /FDIS

ISO/TC 126/SC 3

Secrétariat: AFNOR

E-liquide — Détermination de la teneur en nicotine, propylène glycol et glycérol dans les liquides utilisés avec les systèmes électroniques de délivrance de nicotine — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

E-liquid — Determination of nicotine, propylene glycol and glycerol in liquids used in electronic nicotine delivery devices — Gas chromatographic method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20714:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62254105-c772-4f6c-97b1-1af1878ebdd1/iso-20714-2019>

Type du document: Norme internationale
Sous-type du document:
Stade du document: (50) Approbation
Langue du document: F

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Ch. de Blandonnet 8 • CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

Sommaire	Page
Avant-propos	4
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Prise d'essai	3
8.2 Mise en marche de l'appareillage	3
8.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse	4
8.4 Détermination	4
9 Expression des résultats	5

10	Répétabilité et reproductibilité	5
11	Rapport d'essai	8
	Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme	9
	Bibliographie	10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20714:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62254105-c772-4f6c-97b1-1af1878ebdd1/iso-20714-2019>

ISO 20714:2019(F)

Deleted: /FDIS

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 (IEC) 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).

Deleted: 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).

Deleted: 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/avant-propos.html.

Deleted: www.iso.org/iso/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, sous-comité SC 3, *Vapotage et produits associés*.

Deleted: Comité

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Deleted: www.iso.org/members.html

E-liquide — Détermination de la teneur en nicotine, propylène glycol et glycérol dans les liquides utilisés avec les systèmes électroniques de délivrance de nicotine — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'analyse par chromatographie en phase gazeuse permettant de quantifier la teneur en nicotine, propylène glycol et glycérol dans les e-liquides.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

Deleted: <https://www.iso.org/obp>

Deleted: <http://www.electropedia.org/>

3.1

e-liquide

consommable sous forme de liquide ou gel, qui peut contenir ou non de la nicotine, destiné à être transformé en aérosol puis inhalé avec un *système électronique de délivrance de nicotine* (3.2)

3.2

système électronique de délivrance de nicotine

appareil permettant de transformer un *e-liquide* (3.1) en un aérosol destiné à l'inhalation

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

4 Principe

L'échantillon de e-liquide est dilué avec une solution d'isopropanol contenant un ou plusieurs étalons internes. L'analyse de la teneur en nicotine, propylène glycol et glycérol de l'échantillon dilué est réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse à colonne capillaire, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID) et quantification à l'aide d'un étalon interne.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

ISO 20714:2019(F)

Deleted: /FDIS

5.1 Gaz vecteur: hélium (n° CAS: 7440-59-7) ou hydrogène (n° CAS: 1333-74-0) de grande pureté.

5.2 Gaz auxiliaires: hydrogène (n° CAS: 1333-74-0) de grande pureté et air pour le détecteur à ionisation de flamme.

5.3 Isopropanol (n° CAS: 67-63-0), de pureté minimale 99 %, utilisé avec un ou plusieurs étalons internes pour préparer la solution de dilution.

5.4 Étalons internes de grande pureté: quinaldine (n° CAS: 91-63-4), butane-1,3-diol (n° CAS: 107-88-0), n-heptadécane (n° CAS: 629-78-7), n-octadécane (n° CAS: 593-45-3). L'anéthole et d'autres étalons internes appropriés peuvent être utilisés après évaluation de leur pureté et détermination de l'absence d'une coélution avec d'autres composants présents dans la dilution. Il convient de veiller à ce que l'aire du pic de l'étalon interne reste cohérente sur l'ensemble des échantillons. Dans le cas où des incohérences sont constatées, il convient d'analyser un échantillon dilué sans étalon interne afin de confirmer l'absence de pic dans l'extrait éluant en même temps que l'étalon interne.

5.5 Solution de dilution: isopropanol (5.3), contenant l'étalon interne (5.4) en concentration appropriée, par exemple 0,2 mg/ml de quinaldine, 1 mg/ml de butane-1,3-diol, 1 mg/ml de n-heptadécane ou 1 mg/ml de n-octadécane (5.4).

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

5.6 Substances de référence

5.6.1 Nicotine (n° CAS: 54-11-5), de pureté connue d'au moins 98 %. Il est également possible d'utiliser du salicylate de nicotine (n° CAS: 29790-52-1) de pureté connue d'au moins 98 %.

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

5.6.2 Propylène glycol (n° CAS: 57-55-6), de qualité analytique, de pureté minimale 99 %.

5.6.3 Glycérol (n° CAS: 56-81-5), de qualité analytique, de pureté minimale 99 %.

Conserver ces substances de référence à une température conforme aux recommandations du fabricant.

5.7 Solutions d'étalonnage

Deleted: .6

Préparer une série d'au moins cinq solutions d'étalonnage dont les concentrations couvrent la plage attendue dans la prise d'essai en ajoutant des quantités pesées de nicotine (5.6.1), de propylène glycol (5.6.2) et de glycérol (5.6.3) dans la solution de dilution (5.5). Les plages de linéarité suivantes ont été utilisées dans l'étude interlaboratoires: 0,005 mg/ml à 1,5 mg/ml pour la nicotine, 0,12 mg/ml à 10 mg/ml pour le propylène glycol et le glycérol.

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Conserver ces solutions à une température comprise entre 2 °C et 8 °C et à l'abri de la lumière.

Les solutions conservées à basses températures doivent être équilibrées à température ambiante avant utilisation.

6 Appareillage

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

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un enregistreur, d'un intégrateur ou d'un système de traitement des données.

6.2 Colonne capillaire

Une colonne capillaire DB-ALC1¹ (30 m de longueur x 0,32 mm de DI, 1,8 µm d'épaisseur de film) a été jugée satisfaisante.

D'autres colonnes capillaires (telles qu'une colonne WAX) peuvent être utilisées dans la mesure où les pics pour le solvant, les étalons internes, la nicotine, le propylène glycol, le glycérol et les autres composants du e-liquide possèdent une bonne résolution. Pour ce faire, il peut être nécessaire d'optimiser les conditions de l'instrument.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à un mode opératoire approprié.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Laisser l'échantillon s'équilibrer à la température ambiante avant de l'ouvrir.

Peser, à 0,001 g près, 0,1 g de l'échantillon dans le récipient de dilution.

À l'aide d'une pipette, introduire 10 ml de solution de dilution (5.5) dans le récipient de dilution, fermer immédiatement le récipient et bien mélanger. Transférer la solution dans un flacon de chromatographie en phase gazeuse et fermer le flacon avec un bouchon. Il convient d'effectuer l'analyse aussi rapidement que possible, mais si l'entreposage est inévitable, l'échantillon doit alors être conservé à une température comprise entre 2° C et 8° C et à l'abri de la lumière, jusqu'à réalisation de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

8.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre en marche l'appareillage et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (6.1) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer de la bonne résolution des pics de l'isopropanol, du ou des étalons internes, de la nicotine, du propylène glycol, du glycérol et des autres composants du e-liquide.

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Exemple de conditions opératoires appropriées pour la chromatographie en phase gazeuse avec une colonne DB-ALC1:

Profil de température du four:

- Température initiale: 100 °C;
- Temps de maintien initial: 1 min;
- Rampe de température A: 15 °C/min;

¹ ALC1 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

ISO 20714:2019(F)

Deleted: /FDIS

- Température finale A: 130 °C;
- Rampe de température B: 40 °C/min;
- Température finale B: 220 °C;
- Temps de maintien final B: 10 min;
- Température de l'injecteur: 250 °C;
- Température du détecteur: 275 °C;
- Volume d'injection: 1 µl;
- Mode d'injection: divisé;
- Rapport de division: 50:1;
- Gaz vecteur: hélium à un débit de 1,8 ml/min;
- Air: à un débit de 450 ml/min;
- Hydrogène: à un débit de 40 ml/min.

Optimiser les conditions de chromatographie en phase gazeuse pour la séparation des analytes et la sensibilité. Une fois optimisées, les mêmes conditions de chromatographie en phase gazeuse doivent être appliquées pour l'analyse de l'ensemble des étalons et des échantillons.

NOTE Une modification de la rampe de température de 40 °C/min à 5 °C/min améliore la séparation des pics, de même que l'utilisation de la colonne DBWax comme colonne alternative.

8.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter une partie aliquote (1 µl) de chacune des solutions d'étalonnage (5.7) dans le chromatographe en phase gazeuse. Enregistrer les aires des pics de la nicotine, du propylène glycol, du glycérol et du ou des étalons internes (5.4).

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Deleted: 6.

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Formatted: cite_sec, Font: French (France)

Calculer le rapport des aires des pics de la nicotine, du propylène glycol et du glycérol à l'aire du pic de l'étalon interne approprié pour chacune des solutions d'étalonnage. Tracer la courbe des concentrations en nicotine, propylène glycol et glycérol en fonction des rapports des aires, et calculer les équations de régression linéaire (concentration en nicotine, propylène glycol et glycérol en fonction des rapports des aires) à partir de ces valeurs. Il convient que les courbes soient linéaires. Il est recommandé ne pas forcer le passage des droites de régression par l'origine.

Il est recommandé d'utiliser périodiquement une solution d'étalonnage en tant que témoin de la qualité de la séquence d'analyse afin de vérifier la validité de chaque courbe d'étalonnage.

8.4 Détermination

Injecter une partie aliquote (1 µl) de la prise d'essai (voir 8.1) dans le chromatographe en phase gazeuse. Calculer séparément les rapports de l'aire du pic de chaque analyte à l'aire du pic de l'étalon interne approprié.

9 Expression des résultats

La teneur en nicotine, propylène glycol et glycérol, w , de l'échantillon de e-liquide, exprimée en milligrammes par gramme, est donnée par la Formule (1):

$$w = \frac{c \times V}{m} \quad (1)$$

où

c est la concentration en composant cible (nicotine, propylène glycol ou glycérol) obtenue à partir des courbes d'étalonnage, en milligrammes par millilitre;

V est le volume de la solution de dilution, en millilitres (normalement 10 ml);

m est la masse de l'échantillon de e-liquide, en grammes.

10 Répétabilité et reproductibilité

Une étude interlaboratoires à laquelle 19 laboratoires ont participé a été menée. Les échantillons pour essai étaient constitués de sept e-liquides avec des pourcentages variables des composants cibles et différents arômes. Les valeurs suivantes ont été obtenues pour les limites de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R).

La différence entre deux résultats individuels obtenus sur des échantillons de e-liquide appariés par le même opérateur utilisant le même appareillage dans le laps de temps le plus court possible n'excédera la limite de répétabilité, r , en moyenne qu'une fois au plus sur 20 lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

Les résultats individuels obtenus sur des échantillons de e-liquide appariés, consignés par deux laboratoires, ne diffèrent de plus de la limite de reproductibilité (R) en moyenne qu'une fois au plus sur 20 lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

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

Formatted: cite_eq, Font: French (France)

Formatted: cite_tbl, Font: French (France)

Tableau 1 — Données de répétabilité et de reproductibilité issues de l'étude interlaboratoires

Composant	Échantillon	1	2	3	4	5	6	7
Nicotine	Nombre de laboratoires							
	Valeur moyenne, mg/g							
	Limite de répétabilité, R, mg/g							
	Limite de reproductibilité, R, mg/g							
	Nombre de laboratoires							
	Valeur moyenne, mg/g							
	Limite de							
	Propylène glycol							
	Nombre de laboratoires							
Valeur moyenne, mg/g								
Limite de								

- Deleted: /FDIS
- Formatted Table ... [1]
- Formatted ... [2]
- Formatted ... [9]
- Formatted ... [3]
- Formatted ... [4]
- Formatted ... [5]
- Formatted ... [6]
- Formatted ... [7]
- Formatted ... [8]
- Formatted ... [10]
- Formatted ... [17]
- Formatted ... [11]
- Formatted ... [16]
- Formatted ... [12]
- Formatted ... [13]
- Formatted ... [14]
- Formatted ... [15]
- Formatted ... [18]
- Formatted ... [25]
- Formatted ... [19]
- Formatted ... [20]
- Formatted ... [21]
- Formatted ... [22]
- Formatted ... [23]
- Formatted ... [24]
- Formatted ... [26]
- Formatted ... [33]
- Formatted ... [27]
- Formatted ... [28]
- Formatted ... [29]
- Formatted ... [30]
- Formatted ... [31]
- Formatted ... [32]
- Formatted ... [34]
- Formatted ... [41]
- Formatted ... [35]
- Formatted ... [36]
- Formatted ... [37]
- Formatted ... [38]
- Formatted ... [39]
- Formatted ... [40]
- Formatted ... [42]
- Formatted ... [49]
- Formatted ... [43]
- Formatted ... [44]
- Formatted ... [45]
- Formatted ... [46]
- Formatted ... [47]
- Formatted ... [48]
- Formatted ... [50]
- Formatted ... [51]
- Formatted ... [52]
- Formatted ... [53]
- Formatted ... [54]
- Formatted ... [55]
- Formatted ... [56]
- Formatted ... [57]

Deleted: /FDIS

Glycérol	répétabilité, r, mg/g							
	Limite de reproductibilité, R, mg/g							
	Nombre de laboratoires							
	Valeur moyenne, mg/g							
	Limite de répétabilité, r, mg/g							
	Limite de reproductibilité, R, mg/g							

- Formatted: Font: 10 pt, French (France)
- Formatted: Font: 10 pt, French (France)
- Formatted ... [58]
- Formatted ... [59]
- Formatted ... [60]
- Formatted ... [61]
- Formatted ... [62]
- Formatted ... [63]
- Formatted ... [64]
- Formatted ... [71]
- Formatted ... [65]
- Formatted ... [66]
- Formatted ... [67]
- Formatted ... [68]
- Formatted ... [69]
- Formatted ... [70]
- Formatted ... [72]
- Formatted ... [73]
- Formatted ... [74]
- Formatted ... [75]
- Formatted ... [76]
- Formatted ... [77]
- Formatted ... [78]
- Formatted ... [79]
- Formatted ... [80]
- Formatted ... [81]
- Formatted ... [82]
- Formatted ... [83]
- Formatted ... [84]
- Formatted ... [85]
- Formatted ... [86]
- Formatted ... [87]
- Formatted ... [88]
- Formatted ... [91]
- Formatted ... [95]
- Formatted ... [89]
- Formatted ... [90]
- Formatted ... [92]
- Formatted ... [93]
- Formatted ... [94]