
**Tabac et produits du tabac — Dosage
de l'ammoniac — Méthode par
chromatographie ionique**

*Tobacco and tobacco products — Determination of ammonia —
Method using ion chromatographic analysis*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21045:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21045:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Appareillage	2
6 Réactifs	2
7 Préparation	3
7.1 Préparation du matériel de laboratoire.....	3
7.2 Préparation des solutions.....	3
7.3 Préparation des étalons.....	3
8 Mode opératoire d'échantillonnage	4
8.1 Manipulation des échantillons.....	4
8.2 Préparation de l'échantillon.....	4
8.3 Analyse des échantillons.....	5
8.3.1 Exemples de paramètres de chromatographie ionique.....	5
8.3.2 Étalonnage du système de chromatographie ionique.....	6
8.3.3 Détermination de la teneur en ammoniac des échantillons.....	6
9 Répétabilité et reproductibilité	6
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes	8
Bibliographie	11

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).

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).

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

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/fr/members.html.

Introduction

En 2013, le sous-groupe Tabac sans fumée (STSF) du CORESTA (Centre de Coopération pour les Recherches Scientifiques Relatives au Tabac) a mené une étude collaborative sur le dosage de l'ammoniac (sous forme d'ion ammonium) dans le tabac et les produits du tabac sans fumée (PTSF). Onze laboratoires ont participé à l'étude. La méthode fournit une résolution à la ligne de base pour l'ammonium et le sodium, ce qui est un point important pour les matrices à teneur élevée en sodium telles que le tabac sans fumée humide. La méthode s'est révélée appropriée pour le dosage de l'ammoniac dans le tabac, les produits du tabac sans fumée et les éléments de remplissage de la colonne de tabac des cigarettes. Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité de cette méthode ont été évaluées conformément à l'ISO 5725-2:1994 et à l'ISO/TR 22971:2005.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 21045:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21045:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dec02518-2129-4d31-8f3f-870f0334411c/iso-21045-2018>

Tabac et produits du tabac — Dosage de l'ammoniac — Méthode par chromatographie ionique

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Le présent document n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant son utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage de l'ammoniac dans le tabac et les produits du tabac par chromatographie ionique.

Il s'applique au tabac, aux tabacs manufacturés, aux produits du tabac sans fumée et aux éléments de remplissage de la colonne de tabac des cigarettes. La plage d'étalonnage de l'ammoniac spécifiée dans la méthode est comprise entre 0,100 µg/ml et 10,0 µg/ml. Cette plage correspond à une plage allant de 10 µg/g à 1 000 µg/g d'ammoniac dans le tabac. Les échantillons ayant des teneurs en ammoniac plus élevées peuvent être dilués avant analyse pour ramener les échantillons dans la plage d'étalonnage.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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/>

3.1

suppresseur

dispositif réduisant la conductance parasite de l'éluant

Note 1 à l'article: Un tel dispositif peut améliorer le rapport signal/bruit.

3.2

produit fractionné

produit du tabac divisé en portion

EXEMPLE Un sachet de snus.

4 Principe

La teneur en ammoniac d'un tabac ou de produits du tabac, y compris les produits du tabac sans fumée (PTSF) et les éléments de remplissage de la colonne de tabac des cigarettes, est déterminée par extraction en solution d'acide sulfurique. La chromatographie ionique permet de séparer les ions ammonium des autres espèces cationiques. La réponse des ions ammonium est mesurée à l'aide d'un

détecteur de conductivité et quantifiée par étalonnage externe. Les résultats sont rendus sous forme d'ammoniac.

5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et équipement utilisé pour la préparation d'échantillons et d'étalons et, en particulier, ce qui suit. Afin d'éviter tout risque de contamination, l'ensemble du matériel de laboratoire doit être nettoyé avant utilisation.

5.1 Balance analytique, capable de peser avec une précision d'au moins quatre décimales (en gramme).

5.2 Filtre seringue, de 0,45 µm, en nylon ou tout autre matériau équivalent.

5.3 Fioles jaugées en polypropylène, de 100 ml, 250 ml et 1 000 ml de capacité.

5.4 Pipettes mécaniques avec embouts en plastique jetables, de 10 µl à 1 000 µl.

5.5 Agitateur de laboratoire.

5.6 Récipients pour extraction d'échantillons en polypropylène avec bouchon, d'un volume de 100 ml environ.

5.7 Colonne échangeuse de cations faibles de capacité moyenne, (250 mm × 4 mm, non métallique), d'environ 2,8 milliéquivalents par colonne.

EXEMPLE Thermo Scientific IonPac® CS12A¹⁾, ou équivalent.

D'autres colonnes pourraient convenir à cette méthode; les laboratoires doivent cependant vérifier, avant leur utilisation, qu'elles permettent une résolution suffisante du sodium et de l'ammonium dans les échantillons d'essai.

5.8 Système de chromatographie ionique (CI), constitué d'un détecteur de conductivité, d'un compresseur et d'un système de recueil de données.

NOTE Cette méthode peut être utilisée sans compresseur; toutefois, ceci peut entraîner une réduction du rapport signal/bruit, à moins de changer l'éluant et les conditions chromatographiques. En conséquence, il pourrait ne pas être possible d'analyser des échantillons à faibles teneurs en ammoniac comme certains tabacs de types Virginia ou Orient.

5.9 Système de dégazage d'éluant, recommandé.

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1 Sulfate d'ammonium, [(NH₄)₂SO₄], de pureté > 99 % (25,78 % d'ammoniac); ou une solution certifiée d'ammoniac à 1 000 µg/ml.

6.2 Acide sulfurique, (H₂SO₄), de pureté > 96 %.

1) La colonne analytique échangeuse de cations Thermo Scientific IonPac® CS12A est le nom commercial d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.3 Acide méthane sulfonique (MSA), de pureté > 99 %.

7 Préparation

7.1 Préparation du matériel de laboratoire

Le matériel de laboratoire doit être nettoyé et séché de manière à s'assurer qu'aucune contamination ne se produise.

Il est important que toutes les sources possibles de contamination qui pourraient interférer avec le processus analytique soient éliminées de la zone de travail.

7.2 Préparation des solutions

7.2.1 Acide sulfurique à 0,012 5 mol/l (0,025 N), destiné aux étalons et à la solution d'extraction.

Ajouter avec précaution 1,3 g d'acide chlorhydrique à environ 600 ml d'eau déminéralisée dans une fiole jaugée en polypropylène de 1 l.

Agiter et compléter à 1 l avec de l'eau déminéralisée.

7.2.2 Éluant A: acide méthane sulfonique (MSA) à 10 mM.

Ajouter avec précaution 650 µl d'acide méthane sulfonique (MSA) à environ 600 ml d'eau déminéralisée dans une fiole jaugée en polypropylène de 1 l.

Agiter et compléter à 1 l avec de l'eau déminéralisée.

7.2.3 Éluant B: acide méthane sulfonique (MSA) à 40 mM.

Ajouter avec précaution 2,60 ml d'acide méthane sulfonique (MSA) à environ 600 ml d'eau déminéralisée dans une fiole jaugée en polypropylène de 1 l.

Agiter et compléter à 1 l avec de l'eau déminéralisée.

7.3 Préparation des étalons

Préparer une série de sept solutions étalons comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Il est nécessaire d'utiliser au moins sept étalons car la courbe d'étalonnage est quadratique.

NOTE 1 La quantification de l'ammoniac (NH_3) est obtenue grâce à un étalonnage externe en utilisant la réponse de surface du pic de l'ammonium (NH_4^+).

NOTE 2 Tous les calculs sont basés sur la masse molaire de l'ammoniac.

NOTE 3 Les solutions mères étalons et les solutions étalons de travail sont stables pendant environ 30 jours lorsqu'elles sont conservées à 4 °C.

7.3.2 Solution mère d'ammoniac, à 100 µg/ml.

Peser environ 0,097 g de sulfate d'ammonium dans une fiole jaugée en polypropylène de 250 ml.

Noter le poids exact afin de calculer avec précision la concentration réelle.

Ajouter de l'acide sulfurique à 0,012 5 mol/l (0,025 N) et bien mélanger.