
**Cigarettes — Dosage de composés
organiques volatils sélectionnés dans
le courant principal de la fumée de
cigarette — Méthode par CG-SM**

*Cigarettes — Determination of selected volatile organic compounds
in the mainstream smoke of cigarettes — Method using GC/MS*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21330:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-
6b1353c146b3/iso-21330-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21330:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018>



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 de la verrerie.....	3
7.2 Préparation des étalons.....	3
7.2.1 Généralités.....	3
7.2.2 Préparation de la solution d'étalon interne de dopage.....	3
7.2.3 Préparation des étalons de travail pour l'isoprène, l'acrylonitrile, le benzène et le toluène.....	3
7.2.4 Préparation des étalons de travail pour le 1,3-butadiène.....	4
8 Échantillonnage	5
9 Préparation des produits du tabac	5
10 Production de l'échantillon – Fumage de cigarettes	6
10.1 Généralités.....	6
10.2 Montage de la machine à fumer.....	6
10.3 Fumage.....	8
10.3.1 Généralités.....	8
10.3.2 Fumage linéaire.....	8
10.3.3 Fumage rotatif.....	8
11 Analyse de l'échantillon	8
11.1 Préparation de l'échantillon.....	8
11.2 Détermination.....	8
11.2.1 Conditions de fonctionnement de la CG-SM.....	8
11.2.2 Étalonnage.....	9
11.2.3 Calcul.....	10
12 Répétabilité et reproductibilité	10
12.1 Résultats de l'essai interlaboratoires de 2012.....	10
12.1.1 Généralités.....	10
13 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes	13
Bibliographie	17

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/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

Le sous-groupe de travail Analytes spéciaux du CORESTA (www.coresta.org) a mené un essai interlaboratoires en 2005 pour comparer les données relatives au rendement en analyte de la fumée, obtenues par différents laboratoires en utilisant leurs propres méthodes préférées. Cette étude a révélé des différences significatives inacceptables entre les rendements en composés volatils, notamment pour le 1,3-butadiène et l'acrylonitrile, et a suggéré qu'un travail supplémentaire était nécessaire pour comprendre les facteurs influençant la variabilité du rendement. Les paramètres clés des méthodologies existantes ont été examinés et d'autres études ont été conduites sur des composés volatils sélectionnés entre 2008^[1] et 2009.^[2] Ces études portaient sur les principales étapes de la méthode qui devaient être optimisées avant d'être intégrées dans la méthode recommandée par le CORESTA (CRM).

Ces études ont révélé que des rendements similaires étaient obtenus lorsque les données relatives au piégeage dans un sac Tedlar étaient comparées avec celles des pièges à barboteur refroidis, cette dernière méthode étant utilisée par la majorité des laboratoires. Il a été décidé que la CRM serait basée sur le prélèvement des composés volatils sélectionnés dans le courant principal de la fumée de cigarette dans des pièges à barboteur refroidis cryogéniquement contenant du méthanol. Les solutions du piège à barboteur ont été fortifiées avec du benzène-D6 et analysées par chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse (CG-SM). Plusieurs points critiques de la méthode ont été étudiés afin d'évaluer leurs effets sur les rendements en fumée avant de rédiger un projet de CRM.

Le présent document a été élaboré après un essai interlaboratoires effectué en 2009, impliquant 20 laboratoires de 12 pays différents utilisant le régime de fumage de l'ISO 3308.^[2] D'autres données ont été fournies pour les mêmes substances volatiles sélectionnées provenant de 10 échantillons ayant différents rendements en goudron d'un essai interlaboratoires réalisé en 2012, qui impliquait 16 laboratoires de 11 pays différents.^[3] La méthode comprend des recommandations sur les étapes critiques qu'il convient de contrôler afin de produire des données aussi fiables et cohérentes que les données de répétabilité et de reproductibilité fournies dans la CRM. Des évaluations statistiques, effectuées conformément à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2, sont incluses.

Aucun régime de fumage mécanique ne peut reproduire parfaitement le comportement 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 le présent document.
- L'essai de fumage mécanique permet de caractériser les émissions des cigarettes pour des besoins de conception et de réglementation. Cependant, communiquer aux fumeurs les résultats des mesurages mécaniques peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risques selon les marques.
- Les données concernant l'émission de fumées obtenues à partir des mesurages mécaniques 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 que les différences des mesurages mécaniques entre différents produits correspondent à des différences de niveaux d'exposition ou de risque.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21330:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018>

Cigarettes — Dosage de composés organiques volatils sélectionnés dans le courant principal de la fumée de cigarette — Méthode par CG-SM

AVERTISSEMENT — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits dangereux et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillage à caractère dangereux. Le présent document n'est pas destiné à traiter de tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques de sécurité et de santé appropriées et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de quantification des composés organiques volatils (COV) sélectionnés (1,3-butadiène, isoprène, acrylonitrile, benzène et toluène) par CG-SM dans le courant principal de la fumée de cigarette à l'aide des paramètres de fumage de l'ISO 3308.

Cette méthode est applicable aux cigarettes dont les rendements en matière particulaire anhydre et exempte de nicotine (MPAEN) sont compris entre 1 mg/cigarette et 15 mg/cigarette.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3308, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes — Définitions et conditions normalisées*

ISO 3402, *Tabac et produits du tabac — Atmosphère de conditionnement et d'essai*

ISO 8243, *Cigarettes — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/>.

4 Principe

Prélèvement des composés volatils sélectionnés en faisant passer le courant principal de la fumée de cigarette à travers un disque filtrant en fibre de verre tel que spécifié dans l'ISO 3308 (e.g. disque filtrant Cambridge, CFP) dans des pièges cryogéniques contenant du méthanol.

Les solutions du piège à barboteur sont fortifiées avec l'étalon interne et sont analysées par CG-SM.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire utilisé pour préparer les échantillons, les solutions et les étalons et, en particulier, le matériel suivant.

5.1 Machine à fumer, conforme à l'ISO 3308.

5.2 Système de piège à barboteur, capable d'être raccordé en série, refroidi par un liquide cryogénique pour piéger efficacement les composés organiques volatils présents dans la phase vapeur du courant principal de la fumée.

5.3 Système CG-SM, pour obtenir des données chromatographiques permettant de quantifier l'ion spécifié (mode Mesure d'Ions Sélectionnés, SIM, ou système équivalent).

Le CG doit être configuré pour effectuer des injections avec division sur une colonne capillaire.

Il est recommandé d'équiper le CG d'un passeur d'échantillons pour l'injection d'échantillons.

5.4 Seringues étanches au gaz, de volumes appropriés.

5.5 Colonne capillaire en silice fondue, par exemple DB-624, longueur de 60 m, diamètre intérieur de 0,25 mm et épaisseur de film de 1,4 μm , ou colonne équivalente.

5.6 Spectrophotomètre, pour estimer la concentration en 1,3-butadiène de la solution mère secondaire.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Réactifs

ISO 21330:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018>

6.1 Glace carbonique.

6.2 Isopropanol, pour vases Dewar.

6.3 Méthanol, de qualité CLHP ou supérieure.

Il convient de vérifier le méthanol pour s'assurer que les niveaux de fond en analytes n'affecteront pas négativement l'analyse.

6.4 Éthanol, de qualité pour analyses ou équivalente.

6.5 Benzène-D₆, minimum 99 % de D; dans lequel l'absence d'analogue non marqué a été contrôlée.

6.6 Toluène-D₈, minimum 99 % de D; dans lequel l'absence d'analogue non marqué a été contrôlée.

6.7 1,3-Butadiène, minimum 99 %.

6.8 Isoprène, minimum 99 %.

6.9 Acrylonitrile, minimum 99 %.

6.10 Benzène, minimum 99 %.

6.11 Toluène, minimum 99 %.

7 Préparation

7.1 Préparation de la verrerie

La verrerie doit être nettoyée et séchée de façon à empêcher toute contamination par la verrerie.

Il est important de retirer toutes les sources potentielles de contamination de l'espace de travail.

7.2 Préparation des étalons

7.2.1 Généralités

Le cas échéant, des solutions de référence certifiées des étalons requis et des étalons internes peuvent être utilisées.

7.2.2 Préparation de la solution d'étalon interne de dopage

7.2.2.1 Solution mère d'étalon interne

Transférer le contenu d'une ampoule de 1 g de benzène-D₆ dans une fiole jaugée en verre ambré de 10 ml. Compléter au volume avec du méthanol.

L'inclusion d'autres étalons internes, comme le toluène-D₈, peut également être adéquate. Les laboratoires doivent démontrer l'adéquation de l'inclusion d'étalons internes supplémentaires.

7.2.2.2 Solution d'étalon interne de dopage

À l'aide d'une pipette volumétrique, transférer 4 ml de la solution mère (7.2.2.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol. Cette solution a une concentration de 4 000 µg/ml.

7.2.2.3 Stockage

Conserver les solutions diluées au congélateur, dans des flacons de 25 ml munis de bouchons revêtus de PTFE.

7.2.3 Préparation des étalons de travail pour l'isoprène, l'acrylonitrile, le benzène et le toluène

7.2.3.1 Solutions mères primaires d'isoprène, d'acrylonitrile, de benzène et de toluène

À l'aide de seringues étanches au gaz, peser exactement 100 mg d'isoprène, d'acrylonitrile, de benzène et de toluène dans différentes fioles jaugées en verre ambré de 10 ml à moitié remplies de méthanol. Compléter chaque fiole au volume avec du méthanol. Chaque solution a une concentration nominale de 10 mg/ml.

NOTE Les volumes approximatifs correspondant à 100 mg sont: isoprène = 150 µl, acrylonitrile = 140 µl, benzène = 130 µl, toluène = 120 µl.

7.2.3.2 Solution mère secondaire (mélange de solutions mères primaires d'isoprène, d'acrylonitrile, de benzène et de toluène)

Une solution mère secondaire combinée est préparée en transférant des quantités appropriées (Tableau 1) de solutions mères primaires d'isoprène, d'acrylonitrile, de benzène et de toluène (7.2.3.1) dans une fiole jaugée de 50 ml remplie au tiers avec du méthanol. Compléter au volume avec du méthanol.

Tableau 1 — Préparation de la solution mère secondaire

Analyte	Volume de solution mère primaire (ml)	Concentration (µg/ml)
Isoprène	3,0	600
Acrylonitrile	1,0	200
Benzène	1,0	200
Toluène	1,0	200

7.2.3.3 Solutions d'étalonnage (pour l'isoprène, l'acrylonitrile, le benzène et le toluène)

Préparer sept solutions étalons de travail en mélangeant des volumes appropriés de solution mère secondaire (7.2.3.2) et de solution d'étalon interne de dopage (7.2.2.2) de façon à couvrir la gamme de concentration concernée, c'est-à-dire (12 - 600) µg/ml (isoprène); (4 - 200) µg/ml (acrylonitrile); (4 - 200) µg/ml (benzène); (4 - 200) µg/ml (toluène) et 40 µg/ml d'étalon interne (par exemple, benzène-D₆).

Il convient que la variation de concentration de la solution d'étalonnage la plus concentrée après l'ajout de la solution étalon interne ne soit pas significative.

Transférer des parties aliquotes de chaque solution d'étalonnage dans des flacons CG en verre ambré et remplir chaque flacon jusqu'à l'épaulement du flacon pour réduire au maximum l'espace de tête.

Ajuster les concentrations de façon qu'elles reflètent les concentrations en composés volatils observées dans les échantillons de fumée.

Bien que d'autres matériaux puissent également être appropriés, il est recommandé d'utiliser des bouchons pour flacons CG revêtus de PTFE.

7.2.3.4 Stockage

ISO 21330:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-6b1353c146b3/iso-21330-2018>

Conserver toutes les solutions d'étalonnage au congélateur.

7.2.4 Préparation des étalons de travail pour le 1,3-butadiène

7.2.4.1 Solution mère primaire de 1,3-butadiène

Fixer un morceau de tube en polymère chimiquement résistant à la vanne d'une bouteille contenant du 1,3-butadiène. Placer une pipette Pasteur à l'autre extrémité du tube et immerger la pointe de la pipette dans une fiole jaugée en verre ambré de 100 ml contenant du méthanol jusqu'à la base du col de la fiole. Ouvrir la vanne et laisser barboter doucement le 1,3-butadiène dans le méthanol pendant environ 5 min. Compléter au volume avec du méthanol et bien mélanger.

7.2.4.2 Solution mère secondaire de 1,3-butadiène

Introduire à la pipette 1 ml de solution mère primaire de 1,3-butadiène (7.2.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol. Bien mélanger.

7.2.4.3 Détermination de la concentration de la solution mère secondaire de 1,3-butadiène

Introduire à la pipette 1 ml de solution mère secondaire de 1,3-butadiène (7.2.4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'éthanol. Cette solution sert uniquement à contrôler la concentration de la solution mère secondaire et ne doit pas être utilisée pour préparer les étalons de travail.

Sur un spectrophotomètre, mesurer l'absorbance de la solution par rapport à un blanc d'éthanol (utiliser des cuves de longueur 1 cm). Effectuer un balayage entre 200 nm et 250 nm pour déterminer la

longueur d'onde de l'absorbance maximale. Le 1,3-butadiène dans l'hexane absorbe à 217 nm alors que le 1,3-butadiène dans l'éthanol peut présenter un décalage du pic. Mesurer l'absorbance au maximum du pic.

Effectuer le mesurage ci-dessus trois fois de plus et calculer l'absorbance moyenne A (avec au moins trois chiffres significatifs). Il convient que l'absorbance se situe entre 0,2 et 0,6 unités d'extinction. Si elle est plus élevée, préparer une nouvelle solution mère secondaire en utilisant un volume inférieur de solution mère primaire, et répéter les mesurages spectrophotométriques pour déterminer la concentration de la solution mère secondaire. Si elle est moins élevée, préparer une nouvelle solution mère secondaire en utilisant un volume supérieur de solution mère primaire, et répéter les mesurages spectrophotométriques pour déterminer la concentration de la solution mère-secondaire.

La concentration de la solution mère secondaire, en microgrammes par millilitre, c_{2S} , est calculée d'après la [Formule \(1\)](#):

$$c_{2S} = \frac{A}{20\,893} \times 54 \times 100 \times 1\,000 \quad (1)$$

où

A	est l'absorbance moyenne;
$20\,893 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$	est le coefficient d'absorption molaire du 1,3-butadiène;
54 g/mol	est la masse molaire du 1,3-butadiène;
100 ml	est le volume de la solution;
$1\,000$	est le facteur de conversion des unités.

7.2.4.4 Solutions d'étalonnage de 1,3-butadiène

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d2fb10-0799-40db-9071-100000000000/iso-21330-2018)

Préparer cinq solutions étalons de travail en mélangeant la solution mère secondaire de 1,3-butadiène ([7.2.4.2](#)) et la solution d'étalon interne de dopage ([7.2.2.2](#)) couvrant la gamme de concentration concernée, c'est-à-dire (5 - 50) µg/ml pour le 1,3-butadiène et 40 µg/ml pour l'étalon interne.

Transférer des parties aliquotes de chaque solution d'étalonnage dans des flacons CG en verre ambré et remplir chaque flacon jusqu'à l'épaulement du flacon pour réduire au maximum l'espace de tête.

NOTE Des concentrations certifiées de 1,3-butadiène dans du méthanol peuvent être achetées et utilisées pour préparer les étalons.

7.2.4.5 Stockage

Conserver toutes les solutions d'étalonnage au congélateur jusqu'à utilisation.

Il convient que des laboratoires évaluent, dans leurs propres conditions, la stabilité de tous les étalons de tous les composés avant de les utiliser, car la stabilité dépend des conditions de stockage de chaque laboratoire.

8 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 8243.

9 Préparation des produits du tabac

Conditionner les cigarettes conformément à l'ISO 3402.