
**Cigarettes — Dosage de la nicotine
dans la matière particulaire totale
provenant du courant principal
de fumée avec un régime de
fumage intense — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Cigarettes — Determination of nicotine in total particulate matter
from the mainstream smoke with an intense smoking regime — Gas-
chromatographic method*

[ISO 22253:2019](https://standards.iso.org/iso/22253-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ebe4e32-ba49-4b90-90c6-3a04d9355d75/iso-22253-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22253:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ebe4e32-ba49-4b90-90c6-3a04d9355d75/iso-22253-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ebe4e32-ba49-4b90-90c6-3a04d9355d75/iso-22253-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	3
7.1 Prise d'essai.....	3
7.2 Mise en marche de l'appareillage.....	3
7.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse.....	3
7.4 Dosage.....	4
8 Expression des résultats	4
9 Répétabilité et reproductibilité	4
10 Autres modes opératoires par chromatographie en phase gazeuse et précautions d'analyse	5
10.1 Généralités.....	5
10.2 Autres colonnes (standards.iteh.ai).....	5
10.2.1 Colonnes remplies.....	5
10.2.2 Colonnes capillaires.....	5
10.3 Systèmes d'injection.....	6
10.4 Autres étalons internes.....	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme	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 (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 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. 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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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.html.

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

À l'origine, une série de normes ISO a été développée pour spécifier les exigences des machines à fumer analytiques et leur utilisation pour le dosage quantitatif de différents constituants de la fumée de cigarette (tels que la matière particulaire totale, la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine, l'eau, la nicotine ou le benzo[a]pyrène) avec un seul régime de fumage standard. La description de ce régime de fumage est fournie dans l'ISO 3308.

Plus tard, des exigences relatives à la fourniture de données sur les constituants de la fumée avec un régime de fumage intense, différent du régime de fumage standard de l'ISO 3308, ont été établies par différents pays et des Conférences des Parties à la Convention-cadre pour la lutte anti-tabac. Il en a résulté la nécessité de spécifier les conditions d'utilisation du régime de fumage intense sur des machines à fumer analytiques. Les spécifications d'utilisation du régime de fumage intense sur les machines à fumer analytiques sont fournies dans l'ISO 20778.

L'élaboration du présent document a pris en compte les travaux pratiques accomplis dans le cadre d'un essai interlaboratoires impliquant 35 laboratoires (publié en tant qu'ISO/TR 19478-1 et ISO/TR 19478-2). Il fournit des spécifications pour le dosage de la nicotine par chromatographie en phase gazeuse dans la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée avec un régime de fumage intense.

Aucun régime de fumage mécanique ne peut reproduire parfaitement le comportement des fumeurs.

- Il est recommandé que les cigarettes soient aussi soumises à essai sous les conditions d'une différente intensité de fumage mécanique que 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, mais communiquer aux fumeurs les résultats de mesures sur machine peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risques selon les marques.
- Les données concernant l'émission de fumées obtenues par des mesurages mécaniques peuvent être utilisées comme des 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 de mesures mécaniques entre différents produits correspondent à des différences de niveaux d'exposition ou de risque.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22253:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ebe4e32-ba49-4b90-90c6-3a04d9355d75/iso-22253-2019>

Cigarettes — Dosage de la nicotine dans la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée avec un régime de fumage intense — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

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 si d'autres restrictions doivent être appliquées avant de les utiliser.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage de la nicotine par chromatographie en phase gazeuse dans la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée avec un régime de fumage intense.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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 20779, *Cigarettes — Génération et collecte de la matière particulaire totale au moyen d'une machine à fumer analytique de routine avec un régime de fumage intense*

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 (OBP): disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Dissolution de la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée obtenu conformément à l'ISO 20779 dans un solvant contenant un étalon interne. Dosage de la nicotine d'une partie aliquote de l'extrait de fumée par chromatographie en phase gazeuse et calcul de la teneur en nicotine présente dans la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Gaz vecteur, hélium (n° CAS: 7440-59-7), azote (n° CAS: 7727-37-9) 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 Propane-2-ol (n° CAS: 67-63-0), avec une teneur maximale en eau de 1,0 mg/ml.

5.4 Étalon interne, *n*-heptadécane (n° CAS: 629-78-7) ou quinaldine (n° CAS: 91-63-4) d'une pureté d'au moins 99 %.

La carvone (n° CAS: 99-49-0), le *n*-octadécane (n° CAS: 593-45-3) 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 veiller à ce que l'aire du pic de l'étalon interne reste cohérente dans les extraits de fumée. 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 [Article 10](#)).

5.5 Solvant d'extraction, propane-2-ol ([5.3](#)) contenant une concentration appropriée en étalon interne ([5.4](#)) 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.

5.6 Substance de référence: nicotine (n° CAS: 54-11-5) 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 (n° CAS: 29790-52-1) de pureté connue d'au moins 98 %.

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

5.7 Solutions d'étalonnage

Dissoudre la nicotine ([5.6](#)) dans le solvant ([5.5](#)) 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.

Avant utilisation, le solvant et les solutions conservés à basse température doivent être parvenus à l'équilibre avant l'analyse à la température de la pièce où la chromatographie en phase gazeuse est effectuée.

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 et d'un dispositif approprié de traitement des données (voir [Article 10](#)).

6.2 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 poly(éthylène glycol) (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 [Article 10](#)).

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant la matière particulaire totale provenant du courant principal de fumée, obtenu par le fumage intense (voir ISO 20779) d'un nombre connu de cigarettes, dans un volume fixe de solvant ([5.5](#)), 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 [7.3](#)), à condition de disposer d'un volume suffisant pour l'extraction effective de la matière particulaire totale. Il convient d'effectuer l'analyse aussi rapidement que possible, mais si le stockage est inévitable, conserver la prise d'essai à une température comprise entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière.

7.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareil en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse ([6.1](#)) 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 [Article 10](#)).

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, azote ou hydrogène, 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 [Article 10](#)).

7.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter successivement une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions d'étalonnage ([5.7](#)) dans le chromatographe en phase gazeuse. Enregistrer les aires (ou les hauteurs) des pics de la nicotine et de l'étalon interne ([5.4](#)). Effectuer le dosage 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 rapports des aires en fonction des concentrations en nicotine et calculer une équation de régression linéaire (rapports des aires en fonction des concentrations en nicotine) à partir de ces valeurs. La courbe doit être linéaire et il convient que la régression passe par l'origine. Utiliser la pente de l'équation de régression.

Effectuer quotidiennement ce mode opératoire complet d'étalonnage. Injecter, en plus, une partie aliquote d'une solution étalon de concentration intermédiaire après environ 20 échantillons. Si la