
Cigarettes — Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par CG/SM — Partie 1: Méthode utilisant du méthanol comme solvant d'extraction

Cigarettes — Determination of benzo[a]pyrene in cigarette mainstream smoke using GC/MS — Part 1: Method using methanol as extraction solvent

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22634-1:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-ff4c-4c5c-9764-bb92fd546c89/iso-22634-1-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-ff4c-4c5c-9764-bb92fd546c89/iso-22634-1-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22634-1:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-ff4c-4c5c-9764-bb92fd546c89/iso-22634-1-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Réactifs	2
7 Étalons	3
7.1 Généralités.....	3
7.2 Solution mère primaire de B[a]P.....	3
7.3 Solution mère secondaire de B[a]P.....	3
7.4 Solution mère de B[a]P-d12.....	3
7.5 Solution de dopage de B[a]P-d12.....	3
7.6 Solutions étalons de travail.....	3
7.7 Stockage des solutions étalons.....	3
8 Préparation de l'échantillon	4
8.1 Échantillonnage.....	4
8.2 Fumage.....	4
8.3 Extraction des filtres.....	4
8.4 Purification de l'échantillon.....	4
9 Dosage	5
9.1 Conditions de fonctionnement CG/SM.....	5
9.2 Étalonnage.....	5
9.3 Dosage du B[a]P.....	6
9.4 Calcul.....	6
10 Répétabilité et reproductibilité	6
11 Rapport d'essai	7
11.1 Généralités.....	7
11.2 Données caractéristiques concernant la cigarette.....	7
11.3 Données concernant l'échantillonnage.....	7
11.4 Description de l'essai.....	8
11.5 Résultats de l'essai.....	8
Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme d'un extrait de fumée de cigarette	9
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 le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

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

Cette première édition de l'ISO 22634-1 annule et remplace l'ISO 22634:2008, dont elle constitue une révision mineure.

Les principales modifications apportées par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le numéro de l'ISO 22634 a été modifié pour ISO 22634-1, après l'élaboration d'une nouvelle partie 2 de l'ISO 22634;
- les titres des deux parties ont été modifiés en conséquence;
- le texte a fait l'objet d'une révision rédactionnelle.

Une liste de toutes les parties de la série de normes ISO 22634 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Introduction

Entre 1999 et 2003, un groupe d'études composé de membres du Centre de Coopération pour les Recherches Scientifiques Relatives au Tabac (CORESTA) a étudié les méthodologies existantes relatives au dosage du benzo[a]pyrène (B[a]P) dans le courant principal de la fumée de cigarette. Plusieurs méthodes de dosage ont été proposées, reposant principalement sur deux types de méthodes d'analyse: la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection par fluorescence et la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM). Dans les deux cas, il est nécessaire de purifier l'extrait de condensat de fumée avant de procéder à l'analyse par chromatographie, pour obtenir une séparation correcte du pic de B[a]P.

Dans un premier temps, le groupe d'études a décidé d'élaborer une méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance avec détection par fluorescence. Cependant, plusieurs expériences collectives ont montré qu'il serait techniquement très difficile d'obtenir une réduction sensible de la variabilité initialement observée. Le groupe d'études a alors envisagé une autre méthode, la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, et a pu démontrer par des expériences collectives que cette méthode permettait de réduire la variabilité.

Le présent document, qui est le fruit d'expériences collectives impliquant de nombreux laboratoires dans de nombreux pays, propose un mode opératoire optimisé pour le dosage du B[a]P dans le courant principal de la fumée de cigarette. La répétabilité et la reproductibilité de cette méthode ont été évaluées conformément aux recommandations de l'ISO et sont incluses dans le présent document.

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 machines peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risque 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 et 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 22634-1:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-ff4c-4c5c-9764-bb92fd546c89/iso-22634-1-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-ff4c-4c5c-9764-bb92fd546c89/iso-22634-1-2017>

Cigarettes — Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par CG/SM — Partie 1: Méthode utilisant du méthanol comme solvant d'extraction

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 de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage du benzo[a]pyrène (B[a]P) dans la matière particulaire totale du courant principal de la fumée de cigarette par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) en utilisant du méthanol comme solvant d'extraction.

Cette méthode a été validée en utilisant les paramètres de fumage de l'ISO 3308, et elle est techniquement compatible avec d'autres régimes de fumage.

Une méthode alternative pour le dosage du B[a]P est spécifiée dans l'ISO 22634-2 avec une purification différente utilisant du cyclohexane comme solvant et un temps d'analyse réduit.

2 Références normatives

ISO 22634-1:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d14a515-f4c-4c5c-9764-09213439/iso-22634-1>

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4387, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine*

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:

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

4 Principe

- Échantillonnage des cigarettes pour essai.
- Conditionnement des cigarettes pour essai.
- Fumage des cigarettes pour essai conformément au mode opératoire de fumage spécifié dans l'ISO 4387.
- Extraction au méthanol de la matière particulaire totale recueillie sur le filtre en fibre de verre.
- Dilution de l'extrait de méthanol avec de l'eau.
- Éluion de la solution eau/méthanol sur une cartouche d'extraction en phase solide avec cyclohexyle (CH SPE), puis éluion du B[a]P avec du cyclohexane.
- Dosage analytique du B[a]P par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

5 Appareillage

Appareillage et matériel courants de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes, conforme aux exigences de l'ISO 3308 et équipée pour le fumage selon l'ISO 4387.

5.2 Chromatographe en phase gazeuse doté d'un détecteur sélectif de masse, équipé de son système informatisé de pilotage, de collecte et de traitement des données. Ce système doit être capable de piloter le spectromètre de masse pour obtenir des données chromatographiques en mode de détection SIM («Single Ion Monitoring» mesure d'ion sélectionné). Le chromatographe en phase gazeuse doit être configuré pour effectuer des injections en mode «sans division» sur une colonne capillaire. Il est recommandé d'équiper le chromatographe en phase gazeuse d'un passeur automatique d'échantillons pour l'injection des échantillons.

5.3 Colonne capillaire en silice fondue; par exemple, une phase stationnaire constituée à 5 % de méthylphényl-polysiloxane et une colonne de 30 m de longueur et de 0,25 mm de diamètre interne avec une épaisseur de film de 0,25 µm conviennent pour cette analyse.

NOTE D'autres colonnes peuvent être utilisées, sous réserve qu'une séparation de pic appropriée soit obtenue.

5.4 Évaporateur rotatif ou équipement équivalent

5.5 Unité de préparation des échantillons sous vide ou équipement équivalent

5.6 Cartouches d'extraction en phase solide; un volume de phase cyclohexyle greffée sur silice de 6 ml et un garnissage de 1 g sont adaptés.

5.7 Seringues étanches aux gaz, de capacités 25 µl, 100 µl, 250 µl et 1 000 µl.

5.8 Matériel courant de laboratoire, pour la préparation des échantillons, étalons et réactifs. Afin d'éviter tout risque de contamination, toute la verrerie doit être nettoyée avant utilisation.

6 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique.

- 6.1 Méthanol**, de pureté connue, pas moins de 99 %, CAS 67-56-1.
- 6.2 Eau**, de qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696 ou de qualité supérieure.
- 6.3 Cyclohexane**, de pureté connue, pas moins de 99 %, CAS 110-82-7.
- 6.4 Toluène**, de pureté connue, pas moins de 99 %, CAS 108-88-3.
- 6.5 Benzo[a]pyrène**, de pureté connue, pas moins de 98 %, CAS 50-32-8.
- 6.6 Benzo[a]pyrène-d12**, de pureté connue, pas moins de 98 %, CAS 63466-71-7.

AVERTISSEMENT — Le benzo[a]pyrène et le benzo[a]pyrène-d12 sont des substances cancérogènes. Les mesures de sécurité appropriées doivent être prises lors de la manipulation de ces composés ou de toute solution contenant ces composés.

7 Étalons

7.1 Généralités

L'utilisation de solutions de B[a]P et de B[a]P-d12 certifiées comme matériau de référence est possible.

7.2 Solution mère primaire de B[a]P

Dissoudre 10 mg de B[a]P, pesé à 0,01 mg près, dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de toluène.

7.3 Solution mère secondaire de B[a]P

Diluer 1 ml de la solution mère primaire de B[a]P (7.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

7.4 Solution mère de B[a]P-d12

Dissoudre 10 mg de B[a]P-d12, pesé à 0,01 mg près, dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de toluène.

7.5 Solution de dopage de B[a]P-d12

À l'aide d'une seringue étanche aux gaz, transférer 100 µl de la solution mère de B[a]P-d12 (7.4) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de méthanol. Cette solution a une concentration massique d'environ 1 µg/ml.

7.6 Solutions étalons de travail

Préparer six solutions étalons de travail couvrant la plage de concentrations considérée. Par exemple, transférer 20 µl de la solution mère de B[a]P-d12 (7.4) et 10 µl à 2 000 µl de la solution mère secondaire de B[a]P (7.3) dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec du cyclohexane. Ces solutions ont une concentration massique d'environ 0,2 µg/ml de B[a]P-d12 et des concentrations massiques de 1 ng/ml à 200 ng/ml de B[a]P.

7.7 Stockage des solutions étalons

Les solutions étalons (7.2 à 7.6) sont stables pendant six mois si elles sont conservées à une température inférieure à -18 °C.