
Cigarettes — Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par CG/SM —

**Partie 2:
Méthode utilisant du cyclohexane
comme solvant d'extraction**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cigarettes — Determination of benzo[a]pyrene in cigarette mainstream smoke using GC/MS —

Part 2: Method using cyclohexane as extraction solvent

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e825371-e2e9-4603-af75-944455c2bbfe/iso-22634-2-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22634-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e825371-e2e9-4603-af75-944455c2bbfe/iso-22634-2-2019>



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	2
5 Appareillage	2
6 Réactifs	3
7 Étalons	3
7.1 Généralités.....	3
7.2 Solution mère primaire de B[a]P-d12: 100 µg/ml.....	3
7.3 Solution de dopage secondaire de B[a]P-d12: 40 ng/ml.....	3
7.4 Solution mère primaire de B[a]P: 100 µg/ml.....	3
7.5 Solution mère secondaire de B[a]P: 1 000 ng/ml.....	4
7.6 Solutions étalons de travail.....	4
7.7 Stockage des solutions étalons.....	4
8 Préparation de l'échantillon	4
8.1 Échantillonnage.....	4
8.2 Fumage.....	4
8.3 Extraction sur filtre en fibre de verre.....	4
8.4 Purification de l'échantillon.....	5
8.5 Essai à blanc.....	5
9 Dosage	5
9.1 Conditions de fonctionnement CG/SM.....	5
9.2 Étalonnage.....	6
9.3 Dosage du B[a]P.....	6
9.4 Calcul.....	6
10 Répétabilité et reproductibilité	7
11 Rapport d'essai	7
11.1 Généralités.....	7
11.2 Données caractéristiques concernant la cigarette.....	8
11.3 Données concernant l'échantillonnage.....	8
11.4 Description de l'essai.....	8
11.5 Résultats de l'essai.....	9
Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme d'un extrait de fumée de cigarette	10
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/iso/fr/avant-propos.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 22634-2:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- les réactifs ont été modifiés par ajout d'azote;
- le stockage des solutions étalons a été modifié;
- la purification de l'échantillon a été modifiée;
- l'agitateur Vortex a été ajouté;
- la Bibliographie a été étendue.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 22634 se trouve sur le site web de l'ISO.

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 présent document, qui est le fruit d'expériences collectives impliquant de nombreux laboratoires dans de nombreux pays, propose un mode opératoire 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 des mesures sur machine 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 22634-2:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e825371-e2e9-4603-af75-944455c2bbf8/iso-22634-2-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e825371-e2e9-4603-af75-944455c2bbf8/iso-22634-2-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22634-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e825371-e2e9-4603-af75-944455c2bbfe/iso-22634-2-2019>

Cigarettes — Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par CG/SM —

Partie 2: Méthode utilisant du cyclohexane 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 (MPT) du courant principal de la fumée de cigarette par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) en utilisant du cyclohexane comme solvant d'extraction.

Cette méthode est spécifiée en utilisant les paramètres de fumage de l'ISO 3308. Le présent document définit une méthode alternative à l'ISO 22634-1, avec une étape de purification différente et une durée totale d'analyse réduite qui permet une augmentation potentielle de la cadence des échantillons par comparaison avec l'ISO 22634-1.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 4387, *Cigarettes — Détermination de la teneur en matière particulaire totale et en 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:

- 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

- Échantillonnage des cigarettes pour essai conformément au mode opératoire d'échantillonnage spécifié dans l'ISO 8243.
- Conditionnement des cigarettes pour essai conformément au mode opératoire de conditionnement spécifié dans l'ISO 3402.
- Fumage des cigarettes pour essai conformément au mode opératoire de fumage spécifié dans l'ISO 4387.
- Extraction au cyclohexane de la MPT, recueillie sur le filtre en fibre de verre approprié.
- Purification de l'échantillon par extraction en phase solide (SPE).
- 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» suivi d'ion sélectionné). Le chromatographe en phase gazeuse doit être configuré pour effectuer des injections en mode splitless «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 50 % de phényl-polysiloxane et à 50 % de méthyl-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 TurboVap®¹⁾ ou équipement équivalent.

5.5 Unité d'aspiration sous vide pour préparation d'échantillons ou équipement équivalent.

5.6 Cartouches d'extraction en phase solide; une phase silice greffée NH₂, d'un volume de 3 ml et d'une capacité de 500 mg est adaptée.

NOTE D'autres cartouches contenant la même phase, mais de dimensions différentes, peuvent être utilisées tant qu'il est démontré que les résultats obtenus sont équivalents.

5.7 Pipettes à déplacement positif, adaptées à une plage de volumes de 10 µl à 1 000 µl.

5.8 Matériel courant de laboratoire, pour la préparation des échantillons, étalons et réactifs, par exemple fioles pour échantillon (des inserts peuvent être requis). Afin d'éviter tout risque de

1) TurboVap® est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est fournie aux utilisateurs du présent document à des fins de commodité uniquement et ne constitue en aucun cas une approbation du produit par l'ISO.

contamination, toute la verrerie doit être nettoyée avant utilisation. Une verrerie ambrée peut être nécessaire.

5.9 Bain à ultrasons.

5.10 Agitateur, réglé à 200 r/min.

5.11 Agitateur Vortex.

6 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique.

6.1 Hexane, de pureté connue, pas moins de 99 %, CAS 110-54-3.

6.2 Cyclohexane, de pureté connue, pas moins de 99 %, CAS 110-82-7.

6.3 Benzo[a]pyrène, de pureté connue, pas moins de 98 %, CAS 50-32-8.

6.4 Benzo[a]pyrène-d12, de pureté connue, pas moins de 98 %, CAS 63466-71-7.

6.5 Hélium, gaz vecteur de pureté connue, pas moins de 99,999 %, CAS 7440-59-7.

6.6 Azote, de pureté connue, pas moins de 99,999 %, CAS 7727-37-9.

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

Des solutions de B[a]P ou de B[a]P-d12 certifiées peuvent être utilisées comme matériau de référence.

7.2 Solution mère primaire de B[a]P-d12: 100 µg/ml

Dissoudre 10 mg de B[a]P-d12, pesé à 0,01 mg près, dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de cyclohexane. Passer au bain à ultrasons pour assurer la dissolution.

7.3 Solution de dopage secondaire de B[a]P-d12: 40 ng/ml

Transférer 800 µl de la solution mère primaire de B[a]P-d12 (7.2) dans une fiole jaugée de 2 000 ml et compléter au trait de jauge avec du cyclohexane.

7.4 Solution mère primaire de B[a]P: 100 µg/ml

Dissoudre 10 mg de B[a]P, pesé à 0,01 mg près, dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge à l'aide d'une solution de dopage secondaire de B[a]P-d12 (7.3).