
**Produits de vapotage —
Détermination de la teneur en
nicotine dans les émissions de
produits de vapotage — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Vapour products — Determination of nicotine in vapour product
emissions — Gas chromatographic method*

iTeh STANDARDS
(standards.iteh.ai)

ISO 24199:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/463067ca-5ede-49ed-b130-1df5e33c3a6d/iso-24199-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24199:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/463067ca-5ede-49ed-b130-1df5e33c3a6d/iso-24199-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
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 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Préparation des échantillons pour essai	3
7.2 Manipulation des filtres en fibre de verre	4
7.3 Collecte d'aérosol et préparation des échantillons	4
7.4 Prise d'essai	4
7.5 Mise en marche de l'appareillage	4
7.6 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse	5
7.7 Détermination	5
8 Expression des résultats	5
9 Répétabilité et reproductibilité	6
9.1 Généralités	6
9.2 Résultats obtenus lors d'une étude interlaboratoires (étude 1)	6
9.3 Résultats obtenus lors d'une étude interlaboratoires (étude 2)	7
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme d'analyse de la nicotine	9
Bibliographie	10

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*, sous-comité SC 3, *Vapotage et produits associés*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 437, *Cigarettes électroniques et e-liquides*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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

Dans de nombreux pays, la réglementation relative aux produits de vapotage impose de notifier la teneur en composés nicotiniques présents dans les émissions de ces produits. Ainsi, une Norme internationale est nécessaire pour recueillir des données fiables/comparables sur la teneur en nicotine dans les émissions des cigarettes électroniques.

Le présent document a été élaboré afin de déterminer la teneur en nicotine dans l'aérosol généré par des produits de vapotage au moyen d'une chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flammes. Il convient d'évaluer et de documenter pour chaque analyse les paramètres de la méthode expérimentale^{[1][2]} employés pour collecter les vapeurs aérosolisées.

Le présent document s'appuie sur la méthode (CRM) 84^[3] recommandée par le Centre de collaboration pour les recherches scientifiques relatives au tabac (CORESTA). Cette méthode a été rédigée sur la base des résultats obtenus lors de deux études interlaboratoires : l'une réalisée en 2015 et impliquant 18 laboratoires^[4] et l'autre réalisée en 2019 et qui comprenait 11 laboratoires^[5].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24199:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/463067ca-5ede-49ed-b130-1df5e33c3a6d/iso-24199-2022>

Produits de vapotage — Détermination de la teneur en nicotine dans les émissions de produits de vapotage — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode analytique destinée à quantifier par chromatographie en phase gazeuse le taux de nicotine dans les émissions de produit de vapotage collectées.

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 20768, *Produits de vapotage — Machine à vapoter pour analyses de contrôle — Définitions et conditions normalisées*

ISO 24197:—,¹⁾ *Produits de vapotage — Détermination de la masse de e-liquide vaporisé et de la masse d'aérosol collecté*

3 Termes et définitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

ISO and IEC maintain terminology databases for use in standardization at the following addresses:

- ISO Online browsing platform: available at <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: available at <https://www.electropedia.org/>

3.1

produit de vapotage

dispositif destiné à l'utilisation humaine, comprenant en général des composants électroniques qui vaporisent un liquide afin de générer un aérosol porté par l'air aspiré par l'utilisateur au moyen dudit dispositif

[SOURCE: : ISO 20768:2018, 3.1, modifiée — La Note 1 à l'article a été supprimée.]

3.2

e-liquide

consommable sous forme de liquide ou gel, qui peut contenir ou non de la nicotine, destiné à être transformé en aérosol puis inhalé avec un système électronique de délivrance de nicotine

[SOURCE: : ISO 20714:2019, 3.1]

1) En cours d'élaboration. Stade à la date de publication : ISO/DIS 24197:2022

3.3 masse d'aérosol collecté MAC

masse d'aérosol collecté sur un filtre en fibre de verre obtenue après un nombre défini de bouffées réalisées par une machine à vapoter pour analyses de contrôle actionnant un produit de vapotage

Note 1 à l'article: La machine à vapoter pour analyses de contrôle est traitée dans l'ISO 20768.

3.4 bloc de bouffées

série finie de bouffées séquentielles telle que définie par l'utilisateur ou par la demande d'essai

EXEMPLE Bloc de bouffées 1 : bouffées 1 à 50, bloc de bouffées 2 : bouffées 51 à 100, bloc de bouffées 3: bouffées 101 à 150.

4 Principe

Les émissions des produits de vapotage doivent être générées et collectées de la manière décrite dans l'ISO 20768. La masse d'aérosol collecté est déterminée par gravimétrie. La matière collectée est ensuite extraite à l'aide d'une solution d'isopropanol contenant un ou plusieurs étalons internes. La teneur en nicotine d'une aliquote de cette solution est déterminée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec détection par ionisation de flammes (GC-FID) et quantifié par étalonnage avec étalon interne. La teneur en nicotine présente dans les émissions de produit de vapotage est calculée. Les résultats sont exprimés en poids de nicotine par bouffées, par masse d'aérosol collecté (MAC) ou par bloc de bouffées, selon la demande.

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 : air et hydrogène (n° CAS 1333-74-0) de grande pureté pour le détecteur à ionisation de flammes.

5.3 Isopropanol (n° CAS 67-63-0), de pureté minimale égale à 99 %, mélangé à un ou plusieurs étalons internes pour préparer la solution d'extraction.

5.4 Étalons internes de grande pureté : quinaldine (n° CAS 91-63-4) ou n-heptadécane (n° CAS 629-78-7) d'une pureté au moins égale à 99 %.

Le n-octadécane (n° CAS 593-45-3) ou d'autres étalons internes appropriés peuvent être utilisés après évaluation de leur pureté et après détermination de l'absence de coélution entre l'étalon interne et d'autres composants présents dans l'extrait de l'échantillon. Il convient de veiller à ce que l'aire du pic de l'étalon interne reste cohérente sur les échantillons. Si des incohérences sont constatées, il convient d'analyser une solution échantillon préparée sans étalon interne afin de confirmer l'absence de pic dans l'extrait éluant en même temps que l'étalon interne.

5.5 Solution d'extraction : isopropanol (5.3) contenant l'étalon interne (5.4) en concentration appropriée, généralement entre 0,1 mg/ml et 1,0 mg/ml.

5.6 Substance de référence : nicotine (n° CAS 54-11-5), de pureté connue, au moins égale à 98 %, ou matériau de référence certifié sous forme de solution de nicotine. Le salicylate de nicotine

(n° CAS : 29790-52-1) de pureté connue, au moins égale à 98 %, peut également être utilisé. Conserver la substance de référence à une température conforme à celle recommandée par le fabricant.

La pureté de la nicotine ou du salicylate de nicotine peut être vérifiée en se conformant à l'ISO 13276^[8] ou au moyen de toute autre méthode validée.

5.7 Solutions d'étalonnage

Préparer une série d'au moins cinq solutions d'étalonnage à des concentrations couvrant la plage de niveaux attendue dans la prise d'essai en ajoutant des quantités pesées de nicotine (5.6) à la solution d'extraction. Une concentration comprise entre 0,05 mg/ml et 2,0 mg/ml est suggérée.

Conserver ces solutions entre 2 °C et 8 °C et à l'abri de la lumière.

Les solutions doivent être laissées à température ambiante pour s'équilibrer avant emploi.

Il convient que le laboratoire évalue la stabilité et durée de conservation.

NOTE Une température ambiante de (22 ± 2) °C est généralement considérée comme adéquate.

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et, en particulier, les éléments suivants :

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flammes et d'un système de traitement des données adapté.

6.2 Colonne capillaire

Une colonne capillaire DB-ALC1²⁾ (30 m de longueur ; 0,32 mm de DI ; 1,8 µm d'épaisseur de film) s'est avérée satisfaisante.

D'autres colonnes capillaires (telles qu'une colonne WAX²⁾ ou une colonne DB-624²⁾) peuvent être utilisées dans la mesure où les pics du solvant, des étalons internes, de la nicotine, du propylène glycol, du glycérol et d'autres composants de l'extrait de l'échantillon ont une bonne résolution, ce qui peut nécessiter d'optimiser les conditions de l'instrument.

6.3 Machine à vapoter

Les aérosols doivent être générés sur une machine à vapoter respectant les spécifications décrites dans l'ISO 20768.

Les conditions normalisées de durée et de profil de la bouffée sont décrites dans l'ISO 20768 ; d'autres paramètres peuvent également être utilisés.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons pour essai

Tous les produits de vapotage doivent être soumis à essai dans l'atmosphère d'essai, conformément à l'ISO 20768. Il convient de charger complètement les batteries rechargeables des produits de vapotage qui en sont équipés avant l'essai.

2) Les colonnes DB-ALC1, WAX et DB-624 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi des produits ainsi désignés.

7.2 Manipulation des filtres en fibre de verre

Les filtres en fibre de verre doivent être conservés dans une atmosphère d'essai pendant au moins 24 heures avant de déterminer leur poids avant essai.

Pour toutes les opérations, l'opérateur doit porter des gants fabriqués en une matière adaptée (non poudrés) afin d'éviter de contaminer le matériel avec ses doigts. Entre les opérations, si des bouchons sont disponibles, ils peuvent être disposés sur le porte-filtre pour empêcher toute perte ou absorption d'eau. Les filtres en fibre de verre doivent être traités dès que possible après collecte de l'aérosol pour empêcher toute perte ou absorption d'eau.

7.3 Collecte d'aérosol et préparation des échantillons

Le produit de vapotage soumis à essai doit être utilisé conformément aux recommandations du fabricant. Mettre en place le système de piège à aérosol conformément à l'ISO 20768 et collecter l'aérosol sur les filtres en fibre de verre, en respectant l'ISO 24197:—.

La masse d'aérosol collecté (MAC) doit être déterminée par gravimétrie conformément à l'ISO 24197:—.

Pour chaque filtre en fibre de verre, ouvrir le porte-filtre et retirer le filtre en fibre de verre à l'aide d'une pince. Plier les filtres en quatre, le côté avec l'aérosol tourné vers l'intérieur des plis, en veillant à ne manipuler que le bord du filtre en fibre de verre. Essuyer le porte-filtre au moyen d'un côté inutilisé du filtre en fibre de verre plié et transférer les filtres dans un récipient pour échantillon pour réaliser l'extraction. Il est également possible d'essuyer l'intérieur de l'avant du porte-filtre avec deux quarts découpés à partir d'un filtre inutilisé conditionné et de les associer dans le même récipient pour échantillon.

7.4 Prise d'essai

Extraire chaque filtre en fibre de verre en utilisant un récipient adapté et un volume fixe de solution d'extraction (5.5) de 20 ml pour un filtre de 44 mm ou de 50 ml pour un filtre de 92 mm afin de garantir une couverture complète du filtre. Le volume de la solution d'extraction (5.5) peut être ajusté afin d'obtenir une concentration de nicotine adaptée à la courbe d'étalonnage (voir 7.7) si tant est que le volume est adapté à l'extraction efficace de la MAC. Il convient de réaliser l'analyse aussi rapidement que possible. Le laboratoire doit évaluer la durée de stabilité et de conservation des extraits.

Dans les situations où les concentrations des échantillons dépassent la valeur limite supérieure obtenue lors de l'étalonnage, il est recommandé de les diluer avec la solution d'extraction (5.5) ou d'adapter adéquatement la gamme d'étalonnage pour mesurer les échantillons.

7.5 Mise en marche de l'appareillage

Mettre en marche l'appareillage et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (6.1) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer de la bonne résolution des pics de nicotine, du ou des étalons internes et des autres composants de l'aérosol.

Des conditions de fonctionnement appropriées sont indiquées ci-après.

- Profil de température du four :
 - Température initiale : 90 °C ;
 - Temps de rétention initial : 1 min ;
 - Rampe de température A : 15 °C/min ;
 - Température finale A : 120 °C ;
 - Rampe de température B : 40 °C/min ;
 - Température finale B : 280 °C ;