
**Produits de vapotage — Dosage de
carbonyles sélectionnés dans les
émissions de produits de vapotage**

*Vapour products — Determination of selected carbonyls in vapour
product emissions*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24211:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83a882fa-9148-4274-bb97-2f31f7fe3775/iso-24211-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24211:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83a882fa-9148-4274-bb97-2f31f7fe3775/iso-24211-2022>



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	3
5.1 Généralités	3
5.2 Préparation des solutions	3
5.3 Préparation des étalons	4
5.3.1 Généralités	4
5.3.2 Étalons pour CLHP et solutions de travail	4
5.3.3 Étalons primaires de carbonyles	4
5.3.4 Étalons secondaires de carbonyles	4
5.3.5 Étalons de travail de carbonyles	4
6 Appareillage	4
7 Mode opératoire	5
7.1 Préparation des échantillons pour essai	5
7.2 Manipulation des disques filtrants en fibre de verre	5
7.3 Collecte d'aérosol et préparation des échantillons	5
7.4 Détermination de la masse d'aérosol collecté (MAC) et de la masse d'e-liquide vaporisé (MEV)	7
7.5 Prise d'essai	7
7.6 Mise en marche de l'appareillage	7
7.7 Étalonnage du système CLHP	8
7.8 Détermination	8
8 Expression des résultats	9
9 Répétabilité et reproductibilité	10
9.1 Généralités	10
9.2 Résultats d'une étude interlaboratoires	10
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Solution à base de DNPH (préparée avec de la DNPH contenant environ 30 % d'eau)	13
Annexe B (informative) Exemple de préparation de la gamme d'étalonnage	15
Annexe C (informative) Chromatogramme CLHP d'un échantillon d'aérosol type contenant des carbonyles	16
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 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 carbonylés dans les émissions de ces produits. Ainsi, une Norme internationale est nécessaire pour recueillir des données fiables/comparables sur la teneur en carbonyles sélectionnés dans les émissions de produits de vapotage.

La méthode décrite dans le présent document s'appuie sur la méthode CRM 96^[1] recommandée par le centre de Coopération pour les recherches scientifiques relatives au tabac (CORESTA). Cette méthode a été rédigée sur la base des résultats obtenus lors d'une étude interlaboratoires réalisée en 2019 et impliquant 11 laboratoires.

Les composés carbonylés sont connus comme étant des produits issus de la dégradation thermique des ingrédients de base des formulations d'e-liquides. Il convient d'évaluer et de documenter, pour chaque analyse, les paramètres de la méthode expérimentale^{[2],[3]} employés pour collecter les vapeurs aérosolisées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24211:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83a882fa-9148-4274-bb97-2f31f7fe3775/iso-24211-2022>

Produits de vapotage — Dosage de carbonyles sélectionnés dans les émissions de produits de vapotage

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels 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 dosage de composés carbonylés sélectionnés (formaldéhyde et acétaldéhyde) sous la forme de leurs 2,4-dinitrophénylhydrazones dans les émissions de produits de vapotage par chromatographie liquide en phase inverse couplée à un détecteur UV ou à barrette de diodes (CL-UV ou CL-DBD).

Le présent document n'inclut pas l'analyse d'autres composés carbonylés, tels que l'acroléine et le crotonaldéhyde, en raison de problèmes d'instabilité de ces composés dans les solutions d'e-liquides qui ont été utilisées pour évaluer la performance de la méthode^[4], problèmes signalés lors de travaux antérieurs.

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

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

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

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

3.1
masse d'aérosol collecté
MAC

masse d'aérosol qui est collectée sur un disque filtrant 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.

3.2
masse d'e-liquide vaporisé
MEV

masse d'e-liquide qui est transférée du produit de vapotage vers l'aérosol

Note 1 à l'article: Le terme «perte de masse de produit de vapotage» ou «perte de masse» renvoie à la masse d'e-liquide vaporisé.

[SOURCE: ISO 24197:—, 3.3]

3.3
bloc de bouffées

série finie de bouffées séquentielles telle que définie par l'utilisateur ou conformément à 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.

3.4
système de piégeage d'aérosol

système permettant de collecter l'aérosol généré par des produits de vapotage

Note 1 à l'article: Pour cette méthode, le système de piégeage d'aérosol est constitué d'un piège filtrant (filtre et porte-filtre) ou d'un impacteur monté en série.

3.5
blanc réactif

solution soumise à évaluation pour s'assurer qu'aucune contamination n'est introduite par les réactifs

3.6
blanc aérosol

échantillon provenant d'un orifice connecté à un *système de piégeage d'aérosol* (3.4), qui ne contient pas de produit de vapotage et qui est soumis aux mêmes étapes de collecte, de préparation et d'analyse que les échantillons pour essai

4 Principe

Les émissions de produits de vapotage sont générées et collectées sur une machine à vapoter conforme à l'ISO 20768. Le système de piégeage utilisé pour piéger les carbonyles est constitué d'un porte-filtre contenant un disque filtrant en fibre de verre, conformément à l'ISO 24197, monté en série avec un impacteur contenant une solution acidifiée de 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH) préparée selon un rapport acétonitrile-eau de 1:1. Après le vapotage, le disque filtrant en fibre de verre est combiné à la solution de l'impacteur et le tout est agité mécaniquement pendant 20 min. Une aliquote de l'extrait d'échantillon est ensuite neutralisée avec de la pyridine et analysée par chromatographie liquide en phase inverse couplée à un détecteur UV ou à barrette de diodes (CL-UV ou CL-DBD). La teneur en carbonyles dans les émissions de produits de vapotage est calculée en se basant sur une courbe d'étalonnage externe contenant les composés carbonylés préalablement dérivés par réaction avec la DNPH. Les résultats sont exprimés en masse de carbonyles par bouffée, par masse d'aérosol collecté (MAC) ou par bloc de bouffées, selon la demande.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

NOTE D'autres réactifs peuvent être utilisés à condition d'en vérifier l'adéquation et l'équivalence.

5.1.1 Acétonitrile, ACN, de qualité CLHP.

5.1.2 Éthanol, de qualité CLHP.

5.1.3 Acide phosphorique, (H_3PO_4 , fraction massique de 85 % ou fraction volumique de 10 % en solution aqueuse).

5.1.4 Eau, de qualité 1 selon l'ISO 3696, ou de qualité équivalente.

5.1.5 Pyridine, d'une pureté minimale de 99 %.

5.1.6 DNPH-formaldéhyde, d'une pureté minimale de 99 %.

5.1.7 DNPH-acétaldéhyde, d'une pureté minimale de 99 %.

5.1.8 Hydrochlorure de 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH-HCl) ou 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH) (contenant environ 30 % d'eau).

5.2 Préparation des solutions

5.2.1 Généralités

Préparer des quantités correctement proportionnées des solutions dont la liste figure ci-après. Toutes les solutions doivent être équilibrées à la température ambiante avant utilisation. Utiliser des éprouvettes graduées et des pipettes étalonnées pour mélanger les composants.

5.2.2 H_3PO_4 à 10 %

Préparer cette solution en versant 118 ml de H_3PO_4 à 85 % (5.1.3) dans 1 l d'eau (5.1.4). Il est admis d'utiliser à la place une solution de H_3PO_4 à 10 % du commerce. Converser à température ambiante.

5.2.3 Solution de piégeage à base de DNPH, préparée avec DNPH-HCl (5.1.8)

Dissoudre 1,0 g de DNPH-HCl (5.1.8) dans 500 ml d'acétonitrile (5.1.1), mélanger à 40 ml de H_3PO_4 à 10 % (5.2.2) et compléter à 1 l avec de l'eau (5.1.4). Bien mélanger la solution afin de garantir une totale dissolution de DNPH-HCl et l'absence de cristaux résiduels. Il convient de préparer une solution fraîche chaque semaine et de la conserver à température ambiante et à l'abri de la lumière.

NOTE Un autre mode de préparation de la solution de piégeage, avec de la DNPH à 30 % d'eau, est fourni à l'Annexe A.

5.2.4 Solution de piégeage à base de DNPH, neutralisée (si des dilutions sont requises)

Transférer 50 ml de solution de piégeage à base de DNPH dans un flacon en verre de taille appropriée et ajouter 2,5 ml de pyridine. Mélanger soigneusement la solution.

5.3 Préparation des étalons

5.3.1 Généralités

Toutes les solutions doivent être équilibrées à la température ambiante avant utilisation.

5.3.2 Étalons pour CLHP et solutions de travail

Il convient que l'étalonnage couvre la plage de concentration étudiée. L'[Annexe B](#) indique une plage de concentration appropriée pouvant être utilisée pour l'analyse; cette plage peut toutefois être ajustée en fonction de la teneur en carbonyles détectée dans les échantillons. L'utilisateur doit s'assurer que l'étalon de faible concentration présente un rapport signal sur bruit suffisant pour permettre une quantification exacte ($\geq 10:1$) et que la courbe d'étalonnage est linéaire.

5.3.3 Étalons primaires de carbonyles

Dans des fioles jaugées individuelles de 25 ml, peser les hydrazones comme décrit à l'[Annexe B](#) et dissoudre dans de l'acétonitrile. Enregistrer les concentrations des équivalents d'aldéhydes libres, en $\mu\text{g/ml}$.

5.3.4 Étalons secondaires de carbonyles

À l'aide d'une pipette, transférer des volumes prédéterminés (voir l'[Annexe B](#)) de chaque étalon primaire d'hydrazone dans une fiole jaugée de 25 ml et diluer jusqu'au trait avec de l'acétonitrile.

NOTE Des solutions mères de chacun des carbonyles préalablement dérivés de DNPH peuvent être achetées aux concentrations requises.

5.3.5 Étalons de travail de carbonyles

Prélever des volumes appropriés (de 0,05 ml à 5 ml) de l'étalon secondaire de carbonyle ([5.3.4](#)) et diluer à 10 ml avec de l'acétonitrile pour préparer des étalons présentant des concentrations approximatives en carbonyles (voir l'[Annexe B](#)).

Transférer dans des flacons pour échantillonneur automatique et fermer les flacons avec des bouchons.

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

6 Appareillage

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

6.1 Système CLHP, équipé d'un détecteur UV et/ou à barrette de diodes (DBD) et d'un système de traitement des données adapté.

6.2 Colonnes CLHP.

- Précolonne jetable: phase inverse (PI) C18; et
- Colonne analytique: phase inverse (PI) C18: 4,6 mm x 15 cm, 1,8 μm ou 2,5 μm ou équivalent.

6.3 Machine à vapoter.

Les aérosols sont générés sur une machine à vapoter répondant aux 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.

6.4 Système de piégeage d'aérosol.

6.4.1 Disques filtrants en fibre de verre de 44 mm.

6.4.2 Porte-filtre.

6.4.3 Impacteurs pour piéger les émissions de produits de vapotage.

6.4.4 Insert du tube de la tête de l'impacteur.

NOTE Un impacteur à bout fritté à grosse porosité s'est avéré apte à l'emploi; un autre type de bullage peut être utilisé s'il est démontré que l'efficacité de piégeage est équivalente.

6.5 Balance analytique, pesée minimale 1 mg, précision de lecture de 0,1 mg.

6.6 Filtre pour seringue (PTFE, 0,45 µm) et seringue jetable.

6.7 Flacons pour échantillonneur automatique, bouchons et septums revêtus de PTFE.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons pour essai

Tous les produits de vapotage devant être soumis à essai doivent être conservés conformément à l'ISO 20768. Les produits de vapotage équipés de batteries rechargeables doivent être complètement chargés avant l'essai. Les aérosols sont générés sur une machine à vapoter répondant aux spécifications décrites dans l'ISO 20768.

7.2 Manipulation des disques filtrants en fibre de verre

Les disques filtrants en fibre de verre doivent être conservés dans l'atmosphère d'essai pendant au moins 24 h avant de déterminer leur masse 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 disques filtrants 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. Les échantillons doivent être collectés dans les conditions spécifiées dans l'ISO 20768. La machine à vapoter doit être montée de sorte à collecter l'aérosol sur le disque filtrant en fibre de verre connecté en série avec un impacteur (voir [Figure 1](#)).

Ajouter 35 ml de solution de piégeage à base de DNPH ([5.2.3](#)) dans un impacteur pour chaque échantillon à collecter.

Assembler le système de piégeage de la machine à vapoter dans l'ordre suivant (voir [Figure 1](#)):

- disque filtrant/porte-filtre, 44 mm, prépesé;
- impacteur;
- disque filtrant secondaire, facultatif (non inclus dans l'analyse);