

---

---

**Cigarettes — Dosage de la nicotine  
dans la matière particulaire totale  
du courant principal de fumée —  
Méthode par chromatographie en  
phase gazeuse**

iTeh STANDARDS (standards.iteh.ai) *Cigarettes — Determination of nicotine in total particulate matter  
from the mainstream smoke — Gas-chromatographic method*

[ISO 10315:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bdae8d10-d2be-4381-8b25-01608a096e37/iso-10315-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bdae8d10-d2be-4381-8b25-01608a096e37/iso-10315-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 10315:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bdae8d10-d2be-4381-8b25-01608a096e37/iso-10315-2021>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2021

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
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    Détermination .....	4
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Autres méthodes de chromatographie en phase gazeuse et précautions à prendre pour l'analyse</b> .....	<b>5</b>
10.1   Généralités .....	5
10.2   Autres colonnes .....	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
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Utilisation de la présente méthode en association avec le dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe B (informative) Exemple de chromatogramme</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>9</b>

## 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](http://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](http://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](http://www.iso.org/avant-propos).

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

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 10315:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- Le terme «condensat(s) de fumée» a été remplacé par «matière particulaire totale» ou par «matière particulaire totale du courant principal de fumée» dans tout le présent document.
- Les solutions d'extraction et d'étalonnage conservées à basse température s'équilibrent à la température ambiante avant utilisation (5.7).
- L'équation de régression linéaire pour l'étalonnage est calculée par une analyse de régression avec les rapports des aires en fonction des concentrations en nicotine (7.3).
- Les données à l'Article 9 ont été remplacées par les résultats de l'ISO/TR 19478-1.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Le présent document peut être considéré comme appartenant à une série élaborée par l'ISO/TC 126 et décrivant la détermination de la matière particulaire totale et de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine (MPAEN) dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée. Cette série comprend les normes ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315 (le présent document) et ISO 10362-1.

Une Norme Internationale apparentée, l'ISO 3400, détermine la concentration en alcaloïdes totaux, alors que le présent document ne détermine que la concentration en nicotine au moyen de la séparation par chromatographie en phase gazeuse. Parfois, des différences peuvent apparaître en raison de faibles quantités d'alcaloïdes autres que la nicotine dans certains types de tabac.

L'[Annexe A](#) fournit des informations sur l'utilisation de la présente méthode en association, ou simultanément, avec la méthode de dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse spécifiée dans l'ISO 10362-1.

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

- Il est recommandé que les cigarettes soient aussi soumises à essai dans des conditions d'intensité de fumage mécanique différentes de 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 risque selon les marques.
- Les données concernant l'émission de fumées obtenues par des mesures 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.



# Cigarettes — Dosage de la nicotine dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation du présent document peut impliquer des réactifs, manipulations ou matériels 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 des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité de toutes autres restrictions avant son utilisation.

## 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 du courant principal de fumée. Le fumage de cigarettes et la collecte du courant principal de fumée sont effectués conformément à l'ISO 4387.

NOTE L'ISO 20778 et l'ISO 22253 fournissent la méthode de dosage de la nicotine dans la fumée avec un régime de fumage intense.

## 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 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*

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

## 4 Principe

Dissolution de la matière particulaire totale du courant principal de fumée, qui doit être obtenue conformément à l'ISO 4387, dans une solution d'extraction contenant un étalon interne. Détermination de la teneur en nicotine d'une partie aliquote de l'extrait de fumée par chromatographie en phase gazeuse et calcul de la teneur en nicotine dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée.

NOTE Dans les pays qui ne sont pas en mesure d'utiliser la méthode par chromatographie en phase gazeuse, se référer à l'ISO 3400 pour le dosage des alcaloïdes nicotiniques totaux. En pareil cas, les valeurs obtenues par la méthode décrite dans l'ISO 3400 peuvent être utilisées, moyennant l'ajout d'une note lors de l'expression des résultats.

## 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 Propan-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 2-méthylquinoline (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 leur 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 sur l'ensemble des 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'extrait de fumée éluant en même temps que l'étalon interne (voir l'[Article 10](#)).

**5.5 Solution d'extraction**, propan-2-ol ([5.3](#)) contenant l'étalon interne ([5.4](#)) en concentration appropriée qui se situe, en général, dans une plage comprise entre 0,2 mg/ml et 0,5 mg/ml.

Toute solution qui n'est pas conservée dans un laboratoire à température contrôlée doit être ramenée à l'équilibre à la température ambiante avant utilisation.

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

Conserver à une température comprise entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière.

Du salicylate de nicotine (n° CAS: 29790-52-1) d'une pureté connue d'au moins 98 % peut également être utilisé.

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 la solution d'extraction ([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 de 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.

Les solutions qui sont conservées à basse température doivent être ramenées à l'équilibre à la température ambiante avant utilisation.

## 6 Appareillage

Appareillage 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 d'acquisition et de traitement des données (voir l'[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 polyéthylène 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 l'[Article 10](#)).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant la matière particulaire totale du courant principal de fumée obtenue par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes dans un volume fixe de solution d'extraction ([5.5](#)), de 20 ml pour les disques de 44 mm ou de 50 ml pour les 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 de réaliser l'analyse dès que possible, mais si le stockage est inévitable, conserver la prise d'essai entre 0 °C et 4 °C et à l'abri de la lumière. Pour le fumage normalisé, se reporter à l'ISO 4387.

### 7.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareillage 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 propan-2-ol ([5.3](#)), 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 l'[Article 10](#)).

Les conditions opératoires suivantes sont appropriées:

- 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 d'injection: 2 µl.

En utilisant les conditions ci-dessus, la durée de l'analyse est d'environ 6 min à 8 min (voir également l'[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 la détermination 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 la régression doit passer par l'origine. Utiliser l'inverse de la pente de l'équation de régression.

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

calculée pour cette solution diffère de plus de 3 % de la valeur initiale, répéter tout le mode opératoire d'étalonnage.

#### 7.4 Détermination

Injecter des parties aliquotes (2 µl) de la prise d'essai (7.1) dans le chromatographe. Calculer le rapport de l'aire du pic de la nicotine au pic de l'étalon interne à partir de l'aire (ou de la hauteur) du pic.

Réaliser deux déterminations sur la même prise d'essai (voir 7.1).

Calculer la valeur moyenne du rapport à partir des deux déterminations.

Lorsque les résultats sont obtenus à partir d'un certain nombre de canaux de fumage distincts et si l'on utilise un passeur d'échantillons, une seule partie aliquote de chaque piège à fumée est jugée suffisante.

### 8 Expression des résultats

Calculer la concentration en nicotine dans la prise d'essai en utilisant la courbe ou l'équation de régression linéaire préparée en 7.3. À partir de la concentration en nicotine dans la prise d'essai, calculer la quantité de nicotine dans la matière particulaire totale. Déduire la quantité dans les cigarettes fumées ( $N$ ). Exprimer les résultats en milligrammes par cigarette,  $m_N$ , pour chaque canal,  $N$ , à 0,01 mg près et la moyenne par cigarette à 0,1 mg près.

### 9 Répétabilité et reproductibilité

Un essai interlaboratoires organisé sur le plan international, avec la participation de 35 laboratoires et portant sur 10 échantillons, a été mené en 2010 et a démontré que, lorsque les cigarettes sont fumées conformément à l'ISO 4387 et que les solutions de fumée en résultant sont analysées selon la présente méthode, on obtient les valeurs suivantes pour les limites de répétabilité ( $r$ ) et pour les limites de reproductibilité ( $R$ ). Des informations détaillées concernant le domaine d'application de l'étude, la MPT ainsi que des descriptions et identifications des échantillons sont disponibles dans l'ISO/TR 19478-1.

La différence entre deux résultats individuels obtenus sur des échantillons appariés de cigarettes par le même opérateur utilisant le même appareillage dans le laps de temps le plus court possible n'excède la limite de répétabilité ( $r$ ) en moyenne qu'une fois au plus sur 20 lorsque cette méthode est normalement et correctement appliquée.

Les résultats individuels obtenus sur des échantillons appariés de cigarettes, enregistrés par deux laboratoires, ne diffèrent de plus de la limite de reproductibilité ( $R$ ) en moyenne qu'une fois au plus sur 20 lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

L'analyse des données a permis d'obtenir les estimations récapitulées dans le [Tableau 1](#).

**Tableau 1 — Estimations déduites de l'analyse des données**

Valeur moyenne $m_N$ mg par cigarette	Limite de répétabilité $r$ mg par cigarette	Limite de reproductibilité $R$ mg par cigarette
0,108	0,025	0,046
0,154	0,016	0,057
0,389	0,040	0,087
0,663	0,076	0,120
0,665	0,051	0,123
0,677	0,054	0,126
0,752	0,058	0,126