NORME INTERNATIONALE

ISO 19290

Deuxième édition
2021-02

Cigarettes — Dosage des nitrosamines spécifiques du tabac dans le courant principal de fumée de cigarette — Méthode par CL-SM/SM

Cigarettes — Determination of tobacco specific nitrosamines in mainstream cigarette smoke — Method using LC-MS/MS

Numéro de référence
ISO 19290:2021(F)

© ISO 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
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 Préparation **3**
7.1 Préparation de la verrerie 3
7.2 Préparation des solutions 4
7.3 Préparations des étalons 4
7.3.1 Généralités 4
7.3.2 Préparation des solutions d'étalons internes 4
7.3.3 Préparation des solutions d'étalonnage 4
8 Échantillonnage **6**
9 Préparation du produit du tabac **6**
10 Production de l'échantillon — Fumage de cigarettes **6**
10.1 Généralités 6
10.2 Fumage linéaire 6
10.3 Fumage rotatif 6
11 Analyse de l'échantillon **6**
11.1 Préparation de l'échantillon 6
11.1.1 Généralités 6
11.1.2 Extraction pour le fumage linéaire (filtre de 44 mm) 7
11.1.3 Extraction pour le fumage rotatif (filtre de 92 mm) 7
11.1.4 Préparation de l'échantillon final 7
11.2 Chromatographie liquide haute performance en phase inverse 7
11.2.1 Généralités 7
11.2.2 Paramètres de configuration CLHP (exemple) 7
11.2.3 Phase mobile (exemple) 7
11.2.4 Gradient de la phase mobile (exemple) 7
11.2.5 Paramètres de configuration SM/SM (exemple) 8
11.3 Calcul 9
11.3.1 Courbe d'étalonnage 9
11.3.2 Détermination des concentrations de TSNAs 9
11.3.3 Quantification de l'échantillon 9
11.3.4 Détermination des teneurs en TSNA dans la fumée du courant principal 10
12 Répétabilité et reproductibilité **10**
13 Rapport d'essai **12**
Annexe A (informative) **Exemples de chromatogrammes types** **13**
Bibliographie **15**

© ISO 2021 – Tous droits réservés

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.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 19290:2016), dont elle constitue une révision mineure.

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

— la désignation et le numéro CAS de la NNK-d4 (voir 6.8) ont été mis à jour;

— la nomenclature des nitrosamines deutérées indiquées de 6.1 à 6.8 a été harmonisée.

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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

Introduction

Entre 1999 et 2005, le Groupe d'étude « Analytes spéciaux » du CORESTA (www.coresta.org) a étudié les méthodologies existantes pour le dosage des nitrosamines spécifiques du tabac (TSNAs) dans le courant principal de fumée de cigarette. Deux types principaux de méthodologies d'analyse ont été proposés pour ce dosage: la CG-AET (chromatographie en phase gazeuse couplée à un analyseur d'énergie thermique) et la CL-SM/SM (chromatographie liquide avec détection par spectrométrie de masse en tandem). Le groupe d'étude a décidé dans un premier temps de concevoir une méthode utilisant la CG-AET, car cette méthodologie était la plus largement utilisée dans les laboratoires à ce moment-là.

Cependant, en 2009, il a été confirmé que la plupart des laboratoires appliquaient une technique de CL-SM/SM pour mesurer les teneurs en TSNAs. Le sous-groupe (anciennement « groupe d'étude ») a alors orienté ses recherches sur une méthode CL-SM/SM pour venir compléter la technique CG-AET déjà disponible en tant que méthode N° 63 recommandée par le CORESTA. Plusieurs de ces méthodes ont été décrites dans la littérature scientifique et sont citées ici. Un essai d'aptitude a été mené avec 14 laboratoires, qui utilisaient leurs propres méthodologies CL-SM/SM. Les données de reproductibilité étaient meilleures pour la CL-SM/SM que pour la CG-AET et la méthodologie était très similaire d'un laboratoire à l'autre. Pour résumer, la fumée du courant principal de cigarette était recueillie sur un filtre Cambridge (FC), une solution d'étalons internes était ajoutée et, après extraction, une partie aliquote était séparée et analysée quantitativement par CL-SM/SM. Suite aux principaux enseignements tirés de cet essai d'aptitude, une méthodologie générale a été convenue.

Ce document a été élaboré à partir d'une dernière étude collaborative impliquant la participation de 20 laboratoires de 12 pays. La méthode inclut des notes pour informer d'autres laboratoires qui pourraient souhaiter l'adopter sur les principaux aspects qui nécessitent d'être bien contrôlés pour fournir des données aussi robustes et cohérentes que les données de répétabilité et de reproductibilité fournies. Les cigarettes ont été fumées selon les paramètres du régime de fumage indiqués dans l'ISO 3308 et les évaluations statistiques ont été réalisées conformément aux recommandations de l'ISO 5725-2.

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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

Cigarettes — Dosage des nitrosamines spécifiques du tabac dans le courant principal de fumée de cigarette — Méthode par CL-SM/SM

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 des restrictions réglementaires avant son utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de quantification de quatre nitrosamines spécifiques du tabac (TSNAs) dans la matière particulaire totale du courant principal de la fumée de cigarette par chromatographie liquide haute performance en phase inverse avec détection par spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM). Les TSNAs quantifiées sont les suivantes: N-nitrosonornicotine (NNN), N-nitrosoanatabine (NAT), N-nitrosoanabasine (NAB) et 4-(méthylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1-butanone (NNK).

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

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 http://www.electropedia.org/

3.1
nitrosamines spécifiques du tabac
TSNAs
quatre nitrosamines sont prédominantes dans le tabac: la N-nitrosonornicotine (NNN), la N-nitrosoanatabine (NAT), la N-nitrosoanabasine (NAB) et la 4-(N-Méthylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1butanone (NNK)

[SOURCE: ISO 22303:2008, 3.1]

© ISO 2021 – Tous droits réservés