
**Cigarettes — Dosage de l'eau dans les
condensats de fumée —**

Partie 1:

**Méthode par chromatographie en phase gazeuse
(standards.iteh.ai)**

Cigarettes — Determination of water in smoke condensates —

ISO 10362-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/642e35fc2291/iso-10362-1-1991>
Part 1: Gas chromatographic method



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10362-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, en collaboration avec le Centre de coopération pour les recherches scientifiques relatives au tabac (CORESTA).

L'ISO 10362 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée*:

- *Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse*
- *Partie 2: Méthode Karl Fischer*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 10362 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

La présente partie de l'ISO 10362 peut être considérée comme appartenant à une série, élaborée par l'ISO/TC 126 décrivant la détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine dans un condensat de fumée de cigarette. Cette série comprend:

ISO 3308:1991¹⁾, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes — Définitions et conditions normalisées.*

ISO 3402:1991, *Tabac et produits du tabac — Atmosphère de conditionnement et d'essai.*

ISO 4387:1991¹⁾, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine.*

ISO 8243:1991¹⁾, *Cigarettes — Échantillonnage.*

ISO 10315:1991, *Cigarettes — Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af671661-e375-496-b27-6435fc2341/iso-10362-1-1991>
ISO 10362-1:1991, *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée — Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

L'annexe A fournit des informations sur l'utilisation de cette méthode en association ou simultanément avec la méthode de dosage de la nicotine par chromatographie en phase gazeuse prescrite dans l'ISO 10315.

1) À publier.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afa716fd-e375-49fa-b2f7-642e35fc2291/iso-10362-1-1991>

Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée —

Partie 1:

Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10362 prescrit une méthode de dosage de l'eau dans les condensats de fumée de cigarettes par chromatographie en phase gazeuse. Le fumage de cigarettes et la collecte du courant principal de fumée sont normalement effectués conformément à l'ISO 4387. Néanmoins, la méthode est également applicable au dosage de l'eau dans les condensats de fumée de cigarettes obtenus par un fumage non-normalisé.

NOTE 1 Dans les pays qui ne sont pas en mesure d'utiliser la méthode par chromatographie en phase gazeuse, le dosage de l'eau dans les condensats de fumée doit être effectué par la méthode de Karl Fischer. En pareil cas, les valeurs obtenues pour l'eau dans les condensats de fumée peuvent être utilisées moyennant l'adjonction d'une note appropriée lors de l'expression du résultat.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10362. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10362 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4387:1991²⁾, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine.*

ISO 8243:1991²⁾, *Cigarettes — Échantillonnage.*

3 Principe

Dissolution du condensat de fumée du courant principal de fumée dans un solvant. Dosage de la teneur en eau d'une partie aliquote de cette solution par chromatographie en phase gazeuse et calcul de la teneur en eau de l'ensemble du condensat de fumée.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Gaz vecteur.

Hélium ou azote (voir 6.2 note 6).

4.2 Propanol 2-ol.

Teneur en eau maximale: 1,0 mg par cm³.

4.3 Étalon interne.

Ethanol ou méthanol (d'une pureté d'au moins 99%).

2) À publier.

4.4 Solvant d'extraction.

Propane 2-ol (4.2) contenant 0,5 cm³ par litre d'éta-
lon interne (4.3).

4.5 Substance de référence.

Eau distillée.

4.6 Solutions d'étalonnage.

Préparer une série d'au moins quatre solutions
d'étalonnage dont les concentrations et l'eau ajou-
tée couvrent la gamme attendue dans la prise d'es-
sai (généralement moins de 4 mg par cm³) en
ajoutant des quantités pesées d'eau (4.5) au solvant
(4.4). L'une de ces solutions étalons doit être le sol-
vant sans addition d'eau (solvant «blanc»).

Le récipient contenant le solvant utilisé doit être
équipé d'un piège destiné à empêcher l'eau d'être
absorbée par le solvant. Le solvant doit être remué
sans arrêt afin d'éviter une hétérogénéité de la
concentration d'eau d'un point à l'autre du solvant.

Les solutions d'étalonnage doivent être préparées
en utilisant un solvant d'extraction provenant du
même lot que celui utilisé en 6.1.

NOTE 2 Il est recommandé de préparer les solutions
d'étalonnage une fois par semaine.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et appareils sui-
vants:

5.1 Chromatographe, équipé d'un détecteur à con-
ductivité thermique, d'un enregistreur ou d'un inté-
grateur.

5.2 Colonne, d'un diamètre interne compris entre
2 mm et 4 mm et d'une longueur de 1,5 m à 2 m de
préférence. Phase stationnaire: Porapak Q³⁾, 80
mesh à 100 mesh.

5.3 Système d'alimentation automatisé, capable de
délivrer le volume de solvant nécessaire.

NOTES

3 La colonne est faite de préférence en acier inoxydable
désactivé, mais d'autres matériaux, comme le verre ou le
nickel, peuvent être utilisés. D'autres phases stationnai-

res, comme le Porapak QS ou le Chromosorb 102⁴⁾, peu-
vent être utilisées.

4 Conserver la verrerie et les septums pour les flacons
dans un dessiccateur avant usage.

5 Rincer le système d'alimentation avant usage en fai-
sant couler un volume de solvant d'au moins 50 cm³ qui
sera ensuite jeté.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai par dissolution du con-
densat de fumée obtenu par le fumage mécanique
d'un nombre connu de cigarettes dans 20 cm³, pour
un disque de 44 mm, ou dans 50 cm³, pour un dis-
que de 92 mm, du solvant (4.4) pour obtenir la
concentration en eau adaptée à la courbe d'étalon-
nage (6.3). Pour le fumage normalisé, se référer à
l'ISO 4387.

6.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareil en marche et faire fonctionner le
chromatographe en phase gazeuse, l'enregistreur
ou l'intégrateur et l'échantillonneur automatique (si
on en utilise un) conformément aux instructions du
fabricant. S'assurer que les pics de l'eau, de l'étalon
interne et du solvant sont bien résolus, la durée de
l'analyse étant d'environ 4 min. Conditionner le
système juste avant l'emploi en injectant une partie
aliquote de 2 µl du solvant d'extraction comme acti-
vateur.

Les conditions opératoires sont:

Température de colonne: 170 °C (isotherme)

Température de l'injecteur: 250 °C

Température du détecteur: 250 °C

Gaz vecteur: Hélium, à un débit d'environ
30 cm³ par min

Volume injecté: 2 µl

NOTE 6 L'azote peut également être utilisé comme gaz
vecteur, si la sensibilité du détecteur est suffisamment
grande.

3) Porapak Q est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention
des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 10362 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi
exclusif du produit ainsi désigné.

4) Porapak QS et Chromosorb 102 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information
est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 10362 et ne signifie nullement que l'ISO approuve
ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

6.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions étalons (4.6) dans le chromatographe en phase gazeuse. Noter les aires (ou les hauteurs) des pics de l'eau et de l'étalon interne. Effectuer la détermination au moins deux fois.

Calculer les rapports du pic de l'eau au pic de l'étalon interne à partir des valeurs des aires (ou des hauteurs de ces pics) pour chacune des solutions étalons y compris le solvant «blanc». Tracer la courbe des concentrations de l'eau ajoutée en fonction des rapports d'aires ou calculer une équation de régression linéaire (concentration de l'eau en fonction des rapports d'aires) à partir de ces valeurs. Utiliser la pente de l'équation de régression linéaire.

Effectuer quotidiennement cette procédure complète d'étalonnage. Injecter en outre une partie aliquote d'une solution étalon de concentration intermédiaire tous les 20 échantillons. Si la concentration calculée pour cette solution diffère de plus de 3 % de la valeur initiale, répéter toute la procédure d'étalonnage.

NOTE 7 La ligne de régression ne passe pas par l'origine en raison de la présence de l'eau dans le solvant d'extraction. Si la teneur en eau du solvant excède 1,0 mg/cm³, ce lot sera rejeté.

iteh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afa716fd-e375-49fa-b2f7-642e35fc2291/iso-10362-1-1991>

6.4 Essai à blanc

Du fait de l'absorption d'eau par les pièges à fumée et par le solvant, il est nécessaire de déterminer une valeur pour le «blanc». Préparer des échantillons «blancs» en traitant des pièges à fumée supplémentaires (au moins 2 pour 100 cigarettes fumées) de la même façon que ceux utilisés pour recueillir la fumée. Les placer à proximité de la machine à fumer durant le fumage, et les extraire et les analyser en même temps que les échantillons de fumée.

6.5 Détermination

Injecter des parties aliquotes (2 µl) de la prise d'essai des pièges à fumée (6.1) et des pièges «blanc» (6.4). Calculer les rapports de l'aire du pic de l'eau au pic de l'étalon interne à partir de la valeur de l'aire du pic (ou hauteur).

Effectuer la détermination au moins deux fois dans des conditions identiques. Calculer la valeur moyenne du rapport à partir des déterminations successives.

7 Expression des résultats

Calculer la concentration en eau des extraits dans le piège à fumée et dans le piège à fumer du «blanc», en utilisant la courbe ou l'équation de régression linéaire préparée en 6.3.

La teneur en eau de la fumée, en milligrammes par cigarette, est donnée par

$$\frac{C_S - C_B}{N} \times V$$

où

C_S est la concentration en eau, en milligrammes par centimètre cube, dans le piège à fumée de l'échantillon;

C_B est la concentration en eau, en milligrammes par centimètre cube, dans le piège à fumée du «blanc»;

N est le nombre de cigarettes fumées à travers chaque piège à fumée;

V est le volume du solvant d'extraction dans lequel le contenu du piège à fumée était dissous.

Exprimer les résultats d'essai en milligrammes par cigarette, pour chaque canal à 0,01 mg près, et la moyenne par cigarette à 0,1 mg près.

8 Répétabilité et reproductibilité

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international, avec la participation de 30 laboratoires et portant sur 6 échantillons, a été mené en 1990 et montre que lorsque des cigarettes sont fumées selon l'ISO 4387, et que les solutions de fumée en résultant sont analysées selon cette méthode, on obtient les valeurs suivantes pour la répétabilité (r) et la reproductibilité (R).

La différence entre deux résultats individuels trouvés pour des échantillons appariés de cigarettes par un opérateur utilisant le même appareillage dans le laps de temps le plus court possible excède la valeur (r) de la répétabilité, en moyenne pas plus d'une fois sur vingt, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

Des résultats individuels sur des échantillons appariés de cigarettes obtenus par deux laboratoires différent de plus de la valeur (R) de la reproductibilité, en moyenne pas plus d'une fois sur vingt, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

L'analyse des données a permis d'obtenir les estimations figurant dans le tableau 1.

Tableau 1

Taux moyen d'eau mg	Conditions de répétabilité r	Conditions de reproductibilité R
0,083	0,154	0,241
0,153	0,228	0,353
0,338	0,272	0,381
0,962	0,407	0,734
1,595	0,561	0,935
3,187	0,908	1,680

Pour l'établissement du calcul de r et R , un résultat d'essai a été défini comme le taux moyen obtenu par fumage de 20 cigarettes en une seule série.

Pour plus de détails sur l'interaction de r et R avec d'autres facteurs, voir le rapport CORESTA 91/1.

La question des tolérances due à l'échantillonnage est traitée dans l'ISO 8243.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit donner la teneur en eau de chaque cigarette fumée, ainsi que la méthode utilisée, et inclure toutes les conditions pouvant avoir une influence sur le résultat (par exemple, pression atmosphérique pendant le fumage). Il doit, en outre, donner tous les détails nécessaires à l'identification des cigarettes fumées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afa716fd-e375-49fa-b2f7-642e35fc2291/iso-10362-1-1991>

Annexe A (informative)

Utilisation de cette méthode en association avec la méthode de dosage de la nicotine

Cette méthode peut être utilisée en association avec la méthode de dosage de la nicotine dans les condensats de fumée par chromatographie en phase gazeuse, spécifiée dans l'ISO 10315. Cela peut se faire par

- a) adjonction d'une quantité convenable de l'étalon interne prescrit pour le dosage de la nicotine dans le solvant décrit en 4.4;
- b) injection d'une partie aliquote de la solution de condensat de fumée dans une colonne pour

l'analyse de la nicotine, cette colonne étant reliée au détecteur à ionisation de flamme, ainsi que dans la colonne et le détecteur pour l'eau décrits dans cette méthode.

Une analyse automatisée simultanée de la nicotine et de l'eau peut être réalisée à l'aide d'un système diviseur ou d'un échantillonneur automatique avec deux positions d'injection. Lorsque la nicotine et l'eau sont dosées successivement sur le même échantillon, le dosage de l'eau doit être effectué en premier, afin d'éviter une absorption d'eau par l'échantillon, qui affecterait le résultat final.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afa716fd-e375-49fa-b2f7-642e35fc2291/iso-10362-1-1991>