

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
10362-2

Première édition  
1994-02-01

---

---

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

**Partie 2:**  
Méthode de Karl Fischer  
(standards.iteh.ai)

*Cigarettes — Determination of water in smoke condensates —  
Part 2: Karl Fischer method*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73484b58-5121-4851-b5c9-1b5321a60152/iso-10362-2-1994>

NORMAL

ISO



Numéro de référence  
ISO 10362-2:1994(F)

## 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 10362-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

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 de Karl Fischer*

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

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

## Partie 2: Méthode de Karl Fischer

### 1 Domaine d'application

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

NOTE 1 L'ISO 4387 prescrit le dosage de l'eau dans les solutions de condensat de fumée par chromatographie gazeuse (voir aussi ISO 10362-1). 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 décrite dans la présente partie de l'ISO 10362 et une note appropriée doit être faite lors de l'expression des résultats.

### 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 3308:1991, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes — Définitions et conditions normalisées.*

ISO 4387:1991, *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 10362-1:1991, *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée — Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

### 3 Principe

Dissolution du condensat de fumée de la fumée du courant principal dans un solvant. Dosage de la teneur en eau d'une partie aliquote de cette solution par titration avec le réactif de Karl Fischer normalisé.

### 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté au moins équivalente.

#### 4.1 Propanol-2, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHOH, solvant d'extraction.

NOTE 2 Le propanol-2 contient normalement une petite quantité d'eau qui constitue le blanc évoqué dans la procédure analytique. Il n'est pas recommandé d'utiliser un solvant spécialement déshydraté (par exemple sur tamis moléculaire), car dans cet état, il est extrêmement hygroscopique et cela entraîne des problèmes au cours des manipulations ultérieures.

## 4.2 Réactif de Karl Fischer

Le réactif de Karl Fischer peut être obtenu dans le commerce sous deux formes:

- a) un réactif unique ayant un équivalent en eau initial approximativement égal à 5 mg/ml. Cette teneur diminue au cours du stockage;
- b) deux réactifs séparés (solution Karl Fischer A: méthanol, pyridine, dioxyde de soufre; solution Karl Fischer B: méthanol, iode) qui, mélangés en volumes égaux, donnent un réactif à équivalent en eau approximativement égal à 3 mg/ml.

Ce dernier réactif est fortement recommandé car il est relativement stable sous la forme non mélangée, notamment s'il est conservé dans un réfrigérateur. Son équivalent en eau est également plus adapté à cette analyse. Cependant, il y a une limite au temps de conservation possible du réactif mélangé, même dans un réfrigérateur, et des solutions fraîches doivent être régulièrement préparées.

Des réactifs sans pyridine sont préférables s'ils sont disponibles. Dans le cas contraire, il faut prendre un soin particulier dans les manipulations. Se reporter également au paragraphe ATTENTION concernant l'élimination des produits usés en 6.3.1.

**4.3 Méthanol**,  $\text{CH}_3\text{OH}$ , ayant une teneur en eau inférieure à 0,05 g/100 g.

**4.4 Gel de silice**, récemment activé.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et appareils suivants:

**5.1 Appareil Karl Fischer**, de préférence de type automatique ou semi-automatique, et fonctionnant selon les instructions du fabricant pour le titrage direct.

**5.2 Distributeur de solvant.**

Utiliser un récipient à soutirage de 5 litres, dont le goulot est muni d'un piège à humidité contenant du gel de silice et la base d'une sortie connectée à une pipette de 25 ml automatique à double action ou d'une pipette électronique. Le gel de silice a un effet desséchant à la surface du solvant ce qui entraîne une variation de la teneur en eau pendant l'utilisation. Pour éviter ce phénomène, le solvant doit être agité en permanence pendant l'utilisation en plaçant le distributeur sur un agitateur automatique.

**5.3 Seringue**, de 20  $\mu\text{l}$ .

**5.4 Seringue**, de 10 ml, munie d'une aiguille à large orifice, ou **pipette**, de 10 ml.

**5.5 Four à air chaud**, réglable à  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

**5.6 Agitateur à fioles**, à mouvement horizontal.

## 6 Mode opératoire

Pendant toutes les manipulations, prendre soin d'éviter des contaminations par l'humidité atmosphérique.

Tout le matériel en verre utilisé dans la préparation des échantillons comme dans le dosage de l'eau, doit être chauffé à  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  pendant au moins 1 h après évaporation de l'eau visible, puis refroidi et conservé jusqu'à utilisation dans un dessiccateur, en présence de gel de silice.

### 6.1 Prise d'essai

La procédure ci-après doit être suivie quand les cigarettes sont fumées conformément à l'ISO 4387. Quand le fumage ou la collecte du condensat de fumée n'est pas réalisé selon cette norme, le mode opératoire ci-dessous doit être modifié de manière à donner une solution appropriée de condensat de fumée. Dans ce cas, une note décrivant ce procédé alternatif doit être ajoutée aux résultats des essais.

Recueillir les condensats de fumée de cigarette selon l'ISO 4387 sur une machine à fumer analytique de routine conforme aux exigences de l'ISO 3308.

En portant des gants, retirer les supports des filtres de la machine, les ouvrir et en sortir le disque filtrant avec des pinces. Placer le filtre plié dans une fiole conique sèche (volume maximum 150 ml pour un filtre de 44 mm de diamètre et 250 ml pour un filtre de 92 mm de diamètre).

Essuyer la partie intérieure de l'avant du support avec deux quarts séparés de filtre vierge conditionné, et les ajouter à la fiole.

Introduire un volume approprié de solvant d'extraction (4.1) dans la fiole. Le filtre doit être recouvert par le liquide. Un volume de 25 ml est nécessaire pour un filtre en fibre de verre de 44 mm. Dans le cas d'un filtre en fibre de verre de 92 mm, il faut un volume de 50 ml.

Boucher la fiole immédiatement et agiter doucement sur un agitateur à fioles électrique (5.6) pendant au moins 20 min, en s'assurant que le filtre ne se dés-

agrège pas. On obtient ainsi la solution de condensat de fumée.

## 6.2 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.

## 6.3 Étalonnage du réactif de Karl Fischer

### 6.3.1 Procédure d'étalonnage

Ajouter un volume suffisant de méthanol (4.3) au récipient de titrage Karl Fischer (5.1) pour recouvrir les extrémités inférieures des électrodes. Titrer la solution restant dans le récipient de titrage (voir note 3) jusqu'au point d'équivalence en ajoutant le réactif de Karl Fischer.

Au moyen de la seringue de 20 µl (5.3), ajouter 20 µl d'eau ( $V_W$ ) au récipient de titrage. Pour s'assurer que la seringue ne contient pas de bulles d'air, la remplir au-delà du trait des 20 µl, la retourner et faire remonter les bulles d'air vers le haut par de petits chocs. Ensuite, repousser le piston jusqu'au trait des 20 µl et éliminer l'excès d'eau rapidement de la pointe de l'aiguille avec un tissu.

En variante, remplir 20 µl dans la seringue et peser la seringue. Après le dosage repeser la seringue et noter la masse d'eau exacte.

Transférer le volume d'eau ( $V_W$ ) dans le récipient de titrage en prenant soin d'injecter l'eau directement dans la solution et non pas sur le goulot ou les parois du récipient. Si le récipient peut être fermé avec une membrane en caoutchouc, cette possibilité doit être utilisée et l'aiguille de la seringue introduite à travers la membrane. Si une goutte d'eau reste sur l'aiguille, la mettre en contact avec la surface de la solution dans le récipient pour la faire disparaître.

Titre avec le réactif de Karl Fischer (4.2) et noter le résultat du titrage.

Répéter la mesure une seconde fois, noter à nouveau le résultat du titrage, puis recommencer une troisième fois. Calculer le volume moyen du titrage ( $V_t$ ).

Vérifier chaque jour de travail le réactif de Karl Fischer.

Pour obtenir les meilleurs résultats avec la technique de Karl Fischer, il est important de s'assurer que toutes les étapes de l'analyse sont menées de manière uniforme (extrait après extrait, échantillon après échantillon, jour après jour).

NOTE 3 Il est courant avec la technique de titrage direct, de réaliser le titrage «par dessus» la solution résiduelle dans le récipient, c'est-à-dire sans éliminer la solution résiduelle. Quand le volume atteint un certain niveau, le liquide est éliminé, en maintenant cependant une quantité suffisante pour l'immersion de l'extrémité de l'électrode. De temps en temps, il arrive néanmoins que la concentration de méthanol dans le récipient tombe à un niveau tel que la réaction ne peut pas se dérouler d'une manière satisfaisante. Un précipité peut apparaître, conduisant à des résultats de titrage inexacts. Seule l'expérience dira si le titrage «par dessus» la solution résiduelle a atteint ce point, et si le récipient doit être complètement vidé, rincé et rempli à nouveau avec du méthanol.

**ATTENTION — Il convient de réunir les solutions éliminées dans un récipient maintenu fermé jusqu'à son traitement, de préférence par une agence d'élimination des déchets, ou selon les règlements nationaux en vigueur.**

### 6.3.2 Calcul de l'équivalent en eau

L'équivalent en eau,  $E$ , du réactif de Karl Fischer, exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, est donné par la formule

$$E = \frac{m_W}{V_t}$$

où

$m_W$  est la masse, en milligrammes, du volume d'eau ( $V_W$ ) utilisé pour l'étalonnage du réactif de Karl Fischer;

$V_t$  est le volume moyen, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage de l'eau.

## 6.4 Détermination

Ajouter au récipient de titrage, 10 ml d'extrait par le propanol-2 provenant du blanc, de préférence en utilisant la seringue munie d'une aiguille à large orifice (5.4) pour un transfert rapide. Titrer avec le réactif de Karl Fischer et noter le volume du titrage.

Répéter la mesure et noter à nouveau le volume du titrage. Déterminer le volume moyen de titrage pour le blanc,  $V_B$ . Recommencer les déterminations en double pour tous les blancs.

Ajouter 10 ml de solution de condensat de fumée au récipient de titrage. Rincer la seringue avec un volume

minimal de solution, afin de disposer d'un extrait suffisant pour le dosage de la nicotine. Titrer avec le réactif de Karl Fischer et noter le volume du titrage de l'échantillon,  $V_S$ .

En fonction de l'utilisation de la solution restante de condensat, le dosage de l'eau peut être répété. Cependant, lorsque cette méthode est pratiquée pour le dosage de l'eau, la solution restante est généralement réservée au dosage de la nicotine par entraînement à la vapeur. Dans ce cas, le volume de la solution n'est pas suffisant pour répéter le dosage de l'eau.

## 7 Expression des résultats

La teneur en eau,  $W$ , du condensat de fumée pour chaque piège, exprimée en milligrammes par cigarette, est donnée par l'équation

$$W = \frac{(V_S - V_B)E \cdot V_k}{q \cdot V_a}$$

où

$V_S$  est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage de la solution de condensat de fumée;

$V_B$  est le volume moyen, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage du blanc;

$E$  est l'équivalent en eau, en milligrammes d'eau par millilitre, du réactif de Karl Fischer;

$q$  est le nombre de cigarettes fumées dans le piège;

$V_k$  est le volume, en millilitres, de solvant utilisé pour dissoudre le condensat de fumée;

$V_a$  est le volume, en millilitres, de la solution de condensat de fumée pour le titrage.

Exprimer les résultats de l'essai comme suit:

- teneur en eau, exprimée en milligrammes par cigarette fumée, à 0,01 mg près pour chaque fumage;
- teneur moyenne en eau, exprimée en milligrammes par cigarette fumée, à 0,1 mg près pour la totalité de la prise d'essai.

## 8 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73484b58-5121-4851-b5c9-fb5321a60132/iso-10362-2-1994>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 10362-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73484b58-5121-4851-b5c9-fb5321a60132/iso-10362-2-1994>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 10362-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73484b58-5121-4851-b5c9-fb5321a60132/iso-10362-2-1994>

---

---

**ICS 65.160.00**

**Descripteurs:** tabac, cigarette, fumée, essai, essai physico-chimique, dosage, eau, méthode de Karl Fischer.

Prix basé sur 4 pages

---

---