

---

---

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

Partie 1:  
**Méthode par chromatographie en phase  
gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Cigarettes — Determination of water in smoke condensates —*

*Part 1: Gas chromatographic method*

[ISO 10362-1:1999](https://standards.iso.org/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 10362-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999>

© ISO 1999

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 10362 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.

La Norme internationale ISO 10362-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

iTeh STANDARD PREVIEW

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10362-1:1991), laquelle a fait l'objet d'une révision rédactionnelle.

L'ISO 10362 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée*: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999>

— *Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse*

— *Partie 2: Méthode de Karl Fischer*

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

## Introduction

La présente partie de l'ISO 10362 peut être considérée comme appartenant à une série élaborée par l'ISO/TC 126 et 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 les Normes internationales suivantes:

ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315 et ISO 10362-1.

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

Une bibliographie est fournie à la fin du présent document.

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

ISO 10362-1:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999>

# 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 spécifie 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 décrite dans la présente partie de l'ISO 10362 est également applicable au dosage de l'eau dans les condensats de fumée obtenus par un fumage non normalisé.

**NOTE** Dans les pays qui ne sont pas en mesure d'utiliser la méthode par chromatographie en phase gazeuse, il convient d'effectuer le dosage de l'eau dans les condensats de fumée selon la méthode de Karl Fischer décrite dans l'ISO 10362-2. 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.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10362. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10362 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 4387, *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.*

### 3 Principe

Dissolution du condensat de fumée du courant principal de fumée dans un solvant contenant un étalon interne. Détermination 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 la note en 6.2).
- 4.2 **Propane-2-ol**, avec une teneur maximale en eau de 1,0 mg/ml.
- 4.3 **Étalon interne:** éthanol ou méthanol (d'une pureté d'au moins 99 %).

**4.4 Solvant d'extraction:** propane-2-ol (4.2) contenant l'étalon interne en concentration appropriée (4.3), généralement 5 ml/l.

Quand un solvant a été conservé à l'extérieur du laboratoire contrôlé en température, il convient de le laisser revenir à l'équilibre à  $(22 \pm 2)$  °C avant utilisation.

**4.5 Substance de référence:** eau distillée ou déionisée.

#### 4.6 Solutions d'étalonnage

Préparer une série d'au moins quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations en eau ajoutée couvrent la plage que l'on s'attend à observer dans les prises d'essai (généralement 4 mg/ml au maximum) en ajoutant des quantités pesées d'eau (4.5) au solvant (4.4). L'une de ces solutions étalons doit être le solvant sans addition d'eau (blanc solvant).

Le récipient contenant le solvant doit être équipé d'un piège destiné à empêcher l'eau d'être absorbée par le solvant. Ce dernier doit être agité sans arrêt afin d'assurer l'homogénéité de la concentration en eau dans le solvant. Les solutions d'étalonnage doivent être préparées en utilisant un solvant d'extraction provenant du même lot que celui utilisé en 6.1.

Il est recommandé de préparer les solutions d'étalonnage au moins une fois par semaine.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Chromatographe en phase gazeuse,** équipé d'un détecteur à conductivité thermique, d'un enregistreur et d'un intégrateur ou de tout autre dispositif approprié d'acquisition et de traitement des données.

Il convient de conserver la verrerie et les septums pour les fioles dans un dessiccateur à [ISO 10362-1:1999](https://www.iso.org/standard/608e49e45de6/iso-10362-1-1999)

**5.2 Colonne,** de diamètre intérieur compris entre 2 mm et 4 mm et, de préférence, de 1,5 m à 2 m de longueur.

Phase stationnaire: Porapak Q<sup>1)</sup>, de 150 µm (100 mesh) à 190 µm (80 mesh).

La colonne est, de préférence, en acier inoxydable désactivé, mais d'autres matériaux tels que le verre ou le nickel peuvent être utilisés. Autres phases stationnaires susceptibles d'être utilisées: le Porapak QS<sup>1)</sup> ou le Chromosorb 102<sup>1)</sup>.

**5.3 Système d'alimentation,** de préférence automatisé, capable de délivrer le volume de solvant nécessaire (4.4).

Avant utilisation, il convient de rincer le système d'alimentation en faisant couler un volume de solvant d'au moins 50 ml qui sera ensuite jeté.

---

<sup>1)</sup> Le Porapak Q, le Porapak QS et le 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 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant le condensat de fumée obtenu par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes dans un volume fixe de solvant (4.4), 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 eau adaptée à la courbe d'étalonnage (voir 6.3), à condition de disposer d'un volume suffisant pour l'extraction effective du condensat de fumée. Pour le fumage normalisé, se reporter à l'ISO 4387.

### 6.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareillage en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (5.1) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer de la bonne résolution des pics de l'eau, de l'étalon interne et du solvant, la durée de l'analyse étant d'environ 4 min. Activer la colonne juste avant l'emploi en y injectant une partie aliquote de 2 µl de solvant d'extraction.

Des conditions opératoires appropriées sont les suivantes:

- température de la colonne: 170 °C (isotherme);
- température de l'injecteur: 250 °C;
- température du détecteur: 250 °C;
- gaz vecteur: hélium, à un débit d'environ 30 ml/min;
- volume injecté: 2 µl.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608c49c2d3c0/iso-10362-1-1999>

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

### 6.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter successivement une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions d'étalonnage (4.6) dans le chromatographe. Enregistrer les aires (ou les hauteurs) des pics de l'eau et de l'étalon interne (4.3). 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) du pic pour chacune des solutions d'étalonnage, y compris le blanc solvant. Tracer la courbe des concentrations en eau ajoutée en fonction des rapports des aires ou calculer une équation de régression linéaire à partir de ces valeurs. Utiliser l'équation de régression linéaire.

Effectuer quotidiennement cette procédure d'étalonnage. Injecter, en plus, 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 5 % de la valeur initiale, répéter toute la procédure d'étalonnage.

NOTE La droite 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 dépasse 1,0 mg/ml, il convient de rejeter le lot.

### 6.4 Essai à blanc

En raison 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 les échantillons blancs en traitant des pièges à fumée supplémentaires comprenant des filtres (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, 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 (voir 6.1) et des pièges blancs (voir 6.4). Calculer les rapports de l'aire du pic de l'eau au pic de l'étalon interne à partir de l'aire (ou de la hauteur) du pic.

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

NOTE Lorsque les résultats sont obtenus à partir d'un certain nombre de canaux distincts de fumage et que l'on utilise un échantillonneur automatique, une seule partie aliquote des pièges à fumée est jugée suffisante.

## 7 Expression des résultats

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

La teneur en eau de la fumée,  $m_W$ , en milligrammes par cigarette, est donnée par l'équation suivante:

$$m_W = \frac{\rho_{WS} - \rho_{WB}}{q} \cdot V_{ES}$$

où

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

$\rho_{WS}$  est la concentration en eau dans le piège à fumée de l'échantillon, en milligrammes par millilitre;

$\rho_{WB}$  est la concentration en eau dans le piège à fumée du «blanc», en milligrammes par millilitre;

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

$V_{ES}$  est le volume du solvant d'extraction dans lequel le contenu du piège à fumée a été 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 interlaboratoires organisé sur le plan international, avec la participation de 30 laboratoires et portant sur 6 échantillons, a été mené en 1990 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 ( $R$ ).

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

Les résultats individuels obtenus sur des échantillons de cigarettes appariés, enregistrés par deux laboratoires, différeront de plus de la limite de reproductibilité ( $R$ ) qu'en moyenne une fois au plus sur vingt 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 fournies par l'analyse des données

Valeur moyenne $m_W$ mg par cigarette	Limite de répétabilité $r$ mg par cigarette	Limite de reproductibilité $R$ mg par cigarette
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 les besoins du calcul de  $r$  et de  $R$ , un résultat d'essai a été défini comme étant le taux moyen obtenu par fumage de 20 cigarettes en une seule série.

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

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

## 9 Rapport d'essai

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

[ISO 10362-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d584fc8-2895-4a65-b04b-608e49e45de6/iso-10362-1-1999>