
**Tabac et produits du tabac —
Détermination de la teneur en eau —
Méthode par chromatographie en phase
gazeuse**

*Tobacco and tobacco products — Determination of water content —
Gas-chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16632:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003>



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 16632:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48fl-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48fl-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003>

© ISO 2003

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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2004

Publié 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 16632 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16632:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48fl-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48fl-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003>

Introduction

Au cours de l'élaboration de la présente Norme internationale, des essais interlaboratoires ont été réalisés selon deux méthodes différentes de détermination de la teneur en eau du tabac brut et du tabac prélevé dans des produits finis, à savoir:

- la présente méthode par chromatographie en phase gazeuse, et
- la méthode de Karl Fischer.

Ces études ont montré qu'il n'existe aucune différence entre les résultats obtenus selon ces deux méthodes. La méthode de Karl Fischer est décrite dans l'ISO 6488-1.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16632:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003>

Tabac et produits du tabac — Détermination de la teneur en eau — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de chromatographie en phase gazeuse pour la détermination de la teneur en eau qui s'applique au tabac brut ainsi qu'au tabac provenant de produits finis. Cette méthode est applicable aux teneurs en eau dont la fraction massique est comprise entre 2 % et 55 %.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4874, *Tabac — Échantillonnage des lots de matières premières — Principes généraux*

ISO 8243, *Cigarettes — Échantillonnage* [ISO 16632:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-9d42b38694c/iso-16632-2003)

ISO 15592-1, *Tabac à rouler et objets confectionnés à partir de ce type de tabac — Méthodes d'échantillonnage, de conditionnement et d'analyse — Partie 1: Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

tabac à haute teneur en humidité

échantillon de tabac ayant une teneur en matières volatiles supérieure à 20 % telle que déterminée par séchage à une température comprise entre 100 °C et 105 °C

4 Principe

Détermination de la teneur en eau d'un échantillon de tabac ou d'un produit du tabac par extraction au méthanol suivie d'une analyse par chromatographie en phase gazeuse (CG) sur colonne capillaire avec détection par conductivité thermique, en utilisant l'isopropanol comme étalon interne. La méthode est applicable à n'importe quel type d'échantillon de tabac, à condition que la taille des éléments constitutifs soit inférieure à 4 mm.

NOTE Si une réduction de la taille (par broyage ou découpage) est effectuée, elle peut entraîner une diminution de la teneur initiale en eau. Des techniques cryogéniques peuvent être utilisées pour prévenir de telles pertes d'humidité.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique garantie.

5.1 Gaz vecteur: hélium.

5.2 Méthanol, ayant une teneur maximale en eau de 1,0 mg/ml.

Le méthanol étant hygroscopique, il est recommandé de boucher le flacon au moyen d'une pipette d'alimentation automatique équipée d'un piège à eau.

AVERTISSEMENT — Le méthanol est dangereux pour l'homme et l'environnement. Il faut le manipuler avec précaution.

5.3 Étalon interne: isopropanol ayant une pureté d'au moins 99 %.

5.4 Eau, conforme au moins à la qualité 2 de l'ISO 3696:1987.

5.5 Solvant d'extraction: méthanol (5.2) contenant 2,0 ml d'étalon interne (5.3) par litre.

5.6 Dessécheur: gel de silice, fraîchement activé.

5.7 Solutions d'étalonnage

Préparer une série d'au moins quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations en eau ajoutée couvrent la plage présumée présente dans la prise d'essai en ajoutant des quantités d'eau pesées (5.4) au solvant d'extraction (5.5). L'une de ces solutions d'étalonnage doit être le solvant d'extraction sans eau ajoutée (blanc de solvant).

Pour empêcher l'absorption de l'eau, le récipient primaire contenant le solvant d'extraction doit être doté d'un piège à eau et toutes les solutions doivent être conservées en récipients hermétiquement fermés. Le solvant doit être agité en continu afin de garantir l'homogénéité de sa concentration en eau. Les solutions d'étalonnage doivent être préparées en utilisant un solvant d'extraction provenant du lot utilisé en 8.1. Les transvaser dans les flacons pour injection et obturer immédiatement.

Il est recommandé de préparer les solutions d'étalonnage au moins chaque semaine.

NOTE À titre d'exemple, les solutions d'étalonnage peuvent être préparées de la manière suivante. Réaliser une solution mère étalon en pesant de façon précise (à 0,1 mg près) 25,000 g d'eau dans une fiole jaugée sèche de 500 ml. Diluer l'eau avec la solution d'extraction (5.5) jusqu'au repère de 500 ml. Introduire au moyen d'une pipette 0 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml, 40 ml, 50 ml et 60 ml de la solution mère étalon d'eau dans chacune des huit fioles jaugées sèches de 100 ml. Diluer jusqu'au volume avec la solution d'extraction (5.5). Les solutions d'étalonnage contiennent 0,0 mg, 2,5 mg, 5,0 mg, 10,0 mg, 15,0 mg, 20,0 mg, 25,0 mg et 30,0 mg d'eau par millilitre de solution d'extraction.

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants.

La totalité de la verrerie utilisée pour la préparation et pour le dosage de l'eau doit être chauffée à (105 ± 5) °C pendant au moins 1 h après évaporation de l'eau visible. La verrerie doit ensuite être refroidie et stockée dans un dessiccateur au-dessus d'un dessécheur (5.6) jusqu'à utilisation.

6.1 Récipients d'extraction: flacons secs équipés de bouchons sertis ou fioles coniques à bouchon en verre rodé, de 125 ml de capacité.

Il est particulièrement important que les fermetures soient bien hermétiques afin d'empêcher toute absorption d'eau par exposition à l'air.

- 6.2 Agitateur**, de préférence horizontal, mais un agitateur reproduisant l'agitation manuelle est admissible.
- 6.3 Seringues jetables**, de 10 ml de capacité, dotées de membranes filtrantes de 25 mm de diamètre ayant une grosseur de pore de 0,45 µm, ou l'équivalent.
- 6.4 Fioles jaugées**, de 100 ml, 250 ml et 500 ml de capacité.
- 6.5 Chromatographe en phase gazeuse**, doté d'un détecteur de conductivité thermique et d'un enregistreur ou intégrateur.
- 6.6 Colonne**, d'un diamètre intérieur de 0,53 mm et, de préférence, une longueur de 25 m.

Il est préférable d'utiliser une colonne de type PLOT en silice fondue.

NOTE PoraPLOT U¹⁾, avec une épaisseur de film de 20 µm, a été trouvé satisfaisant comme phase stationnaire (voir également Article 11).

7 Échantillonnage

Échantillonner le tabac brut conformément à l'ISO 4874 et les cigarettes conformément à l'ISO 8243. Échantillonner le tabac à rouler conformément à l'ISO 15592-1.

Chaque fois qu'un échantillon est recueilli et stocké, il convient de le conserver dans un récipient étanche à l'air, de taille juste suffisante pour le contenir.

Si les échantillons sont stockés à 4 °C, laisser le récipient fermé s'équilibrer à la température ambiante avant de l'ouvrir.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16632:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d7fc6a5-a0be-48f1-a31b-0da2b386d6dc/iso-16632-2003>

8 Mode opératoire

8.1 Manipulation de l'échantillon

Combiner et mélanger suffisamment de prélèvements élémentaires pour constituer au moins 100 g pour chaque sous-échantillon pour essai. Si une réduction de la taille des éléments constitutifs est pratiquée, il convient de découper l'échantillon suffisamment pour qu'il passe à travers un tamis de 4 mm. L'échantillon peut être congelé à l'azote liquide avant d'être découpé si le niveau d'humidité absolu est d'intérêt. Il n'est pas nécessaire de réduire davantage la taille des intérieurs hachés de cigarettes.

Si les échantillons à forte teneur en humidité (voir 3.1) ne peuvent pas être analysés immédiatement, il convient de les conserver à une température inférieure à 4 °C pendant une période ne dépassant pas 10 jours.

8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, 5,0 g d'échantillon (8.1) dans le récipient d'extraction sec (6.1). Deux prises d'essai au moins doivent être préparées et analysées pour chaque échantillon pour essai.

Introduire à la pipette 100,0 ml de solvant d'extraction (5.5) dans le récipient d'extraction et fermer immédiatement le récipient de manière hermétique. Placer le récipient d'extraction sur l'agitateur (6.2) et agiter durant 3 h. Retirer le récipient d'extraction de l'agitateur et le mettre de côté pour la nuit. Il convient d'agiter modérément les prises d'essai ou de les mélanger mécaniquement avant le retrait de l'aliquote pour analyse. Équiper une seringue jetable (6.3) d'une membrane filtrante de 0,45 µm (6.3). Transvaser avec

1) Le PoraPLOT U est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

précaution environ 5 ml du liquide surnageant dans l'ensemble de filtration jetable. Purger le filtre de l'eau adsorbée en jetant un faible volume de l'extrait. Filtrer l'extrait dans un flacon pour injection de CG de 2 ml, et boucher le flacon. Conserver l'extrait filtré dans un réfrigérateur à une température inférieure à 4 °C jusqu'à l'analyse par CG en s'assurant de l'étanchéité des joints.

Si l'extrait n'est pas analysé le jour-même, le conserver au réfrigérateur. Il convient d'analyser l'extrait après conditionnement à température ambiante.

8.3 Réglage de l'appareil

Régler l'appareil et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (6.5), l'enregistreur ou l'intégrateur et le passeur d'échantillons (si l'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 correctement résolus. Conditionner le système juste avant de l'utiliser en commençant par injecter deux aliquotes de 0,5 µl du solvant d'extraction.

Les conditions de fonctionnement suivantes sont appropriées:

- gaz vecteur: hélium;
- vitesse linéaire : 30 cm/s à 50 °C;
- température d'injection: 250 °C;
- insert d'injection: insert approprié garni de laine de verre;
- mode d'injection: «splitless» (sans division) (vanne de fuite fermée pendant l'injection, à ouvrir au bout de 1 min environ);
- volume d'injection: 0,5 µl;
- température initiale: 60 °C;
- durée initiale de l'isotherme: 0 min;
- rampe de température A: 5 °C/min;
- température finale A: 130 °C;
- durée finale de l'isotherme A: 0 min;
- rampe de température B: 10 °C/min;
- température finale B: 170 °C;
- durée finale de l'isotherme B: 5 min;
- durée totale d'analyse: 23,00 min;
- détecteur: 250 °C.

Optimiser les conditions de chromatographie en phase gazeuse pour la séparation de l'analyte et la sensibilité. Une fois optimisées, ces mêmes conditions doivent être utilisées pour l'analyse de l'ensemble des étalons et des échantillons, avec le même volume d'injection, à savoir 0,5 µl.

8.4 Étalonage du chromatographe en phase gazeuse

8.4.1 Mode opératoire

Injecter une aliquote (0,5 µl) de chacune des solutions d'étalonnage (5.7) dans le chromatographe en phase gazeuse. Enregistrer les aires (ou les hauteurs) de pic de l'eau et de l'étalon interne (5.3). Effectuer la détermination au moins deux fois, une série étant de préférence entrecoupée d'injections de la prise d'essai.

Calculer le rapport du pic de l'eau à celui de l'étalon interne ($Y_i = A_{H_2O}/A_{IS}$) à partir des valeurs d'aire (ou de hauteur) de pic pour chaque solution d'étalonnage, y compris les blancs de solvant. Tracer le graphe des concentrations d'eau ajoutée (axe des x) en fonction des rapports d'aire (axe des y). Calculer une équation de régression linéaire ($Y = a + bX$) à partir de ces données. Utiliser à la fois la pente et l'ordonnée à l'origine de l'équation de régression linéaire.

Si le coefficient de corrélation R^2 est inférieur à 0,99, il convient de répéter l'étalonnage. Si un point d'étalonnage diffère de 10 % ou davantage de la valeur attendue (estimée par régression linéaire), il convient de ne pas en tenir compte. Le signal (hauteur ou aire de pic) obtenu pour toutes les prises d'essai doit être compris dans le domaine utile de la courbe d'étalonnage.

Mettre en œuvre ce mode opératoire d'étalonnage complet quotidiennement. En outre, injecter une aliquote d'un étalon de concentration intermédiaire après chaque série de 20 dosages d'échantillon. Si la concentration calculée pour cette solution diffère de plus de 3 % par rapport à la valeur initiale, répéter le mode opératoire d'étalonnage complet.

En cas d'élaboration d'une nouvelle solution d'extraction, procéder à l'étalonnage complet. Si l'on dispose seulement de quatre solutions d'étalonnage, il convient de n'en omettre aucune du calcul des moindres carrés. Il convient que la courbe d'étalonnage inclue le blanc de solvant (voir 5.7).

NOTE La droite de régression ne passe pas par zéro en raison de la présence d'eau dans le solvant d'extraction.

Si la teneur en eau du solvant dépasse 1,0 mg/ml, il convient de rejeter le lot.

8.4.2 Essai à blanc

En raison de l'absorption d'eau par le solvant, dans chaque ensemble d'échantillons pour essai, des blancs en double subissent le même traitement que les prises d'essai, avec agitation, filtrage et transfert dans les flacons pour injection.

8.4.3 Dosage

Injecter des aliquotes (0,5 µl) de la prise d'essai (voir 8.2) provenant des extraits de l'échantillon. Calculer le rapport pic de l'eau/pic de l'étalon interne (Y_t) à partir des valeurs d'aire (ou de hauteur) de pics. Calculer la concentration massique pour chaque aliquote de prise d'essai en utilisant les coefficients de la régression linéaire suivante:

$$\rho_t = (Y_t - a)/b$$

Réaliser le dosage au moins deux fois dans des conditions identiques. Calculer la valeur moyenne du rapport à partir des dosages dupliqués.