

---

---

**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 16632:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>



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

ISO 16632:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareil</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Manipulation de l'échantillon.....	3
8.2    Prise d'essai.....	3
8.3    Mise en marche de l'appareillage.....	4
8.4    Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse.....	4
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
<b>10</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b> <b>Autres méthodes de chromatographie en phase gazeuse et précautions à prendre pour l'analyse</b> .....	<b>7</b>
11.1   Généralités.....	7
11.2   Autres colonnes.....	7
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2, [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives).

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. 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

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 16632:2003), dont le paragraphe 5.2 et la Bibliographie ont fait l'objet d'une révision technique, et à laquelle une notice d'avertissement a été ajoutée.

ISO 16632:2013  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>

## 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 Karl Fischer est décrite dans l'ISO 6488.

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

[ISO 16632:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>

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

ISO 16632:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>

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

**AVERTISSEMENT** — La présente Norme internationale peut impliquer l'utilisation de méthodes, matériaux et équipements dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour prétention de mentionner tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant utilisation, des mesures de sécurité et de protection de la santé appropriées, et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de chromatographie en phase gazeuse (CPG) 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 suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 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

La teneur en eau d'un échantillon de tabac ou d'un produit du tabac est déterminée par extraction au méthanol suivie d'une analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) 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 reconnue.

**5.1 Gaz vecteur**, hélium.

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

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

**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.

**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 Appareil

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

La totalité de la verrerie utilisée pour la préparation et pour le dosage de l'eau doit être chauffée à  $(105 \pm 5)$  °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**, de diamètre intérieur de 0,53 mm et une longueur de 25 m.

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

NOTE PoraPLOT U<sup>1)</sup>, avec une épaisseur de film de 20 µm, a été trouvé satisfaisant comme phase stationnaire (voir également l'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)

## 8 Mode opératoire

ISO 16632:2013

### 8.1 Manipulation de l'échantillon

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c6f4ad-4499-48f4-a2da-6ddd21b6f578/iso-16632-2013>

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 l'analyse. Équiper une seringue jetable (6.3) d'une membrane filtrante de 0,45 µm (6.3). Transvaser avec précaution environ 5 ml du liquide surnageant dans l'ensemble de filtration jetable. Purger le filtre de l'eau absorbée en jetant un faible volume de l'extrait. Filtrer l'extrait dans un flacon pour injection de CPG 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 CPG en s'assurant de l'étanchéité des joints.

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