
**Tabac et produits du tabac —
Éprouvette de contrôle — Exigences
et utilisation**

*Tobacco and tobacco products — Monitor test piece —
Requirements and use*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16055:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-
dc3c14739fdc/iso-16055-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16055:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Exigences	2
5 Essais	3
6 Informations de la fiche technique	3
6.1 Généralités.....	3
6.2 Spécifications générales de fabrication.....	3
6.3 Valeurs de l'analyse obtenues à l'issue de l'essai interlaboratoires.....	3
7 Utilisation	4
7.1 Généralités.....	4
7.2 Modes opératoires pratiques d'utilisation d'éprouvettes de contrôle.....	6
7.3 Utilisation pratique des cartes de contrôle.....	6
Annexe A (informative) Cartes de contrôle	8
Annexe B (informative) Éprouvette de contrôle — Spécifications	16
Bibliographie	18

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16055:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012>

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 16055 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16055:2003) qui fait l'objet d'une révision technique.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012>

Tabac et produits du tabac — Éprouvette de contrôle — Exigences et utilisation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les exigences qui s'appliquent à une éprouvette de contrôle ainsi que son utilisation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application de la présente Norme. Pour les références datées, seule l'édition associée est valable. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris les amendements) s'applique.

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

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

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 7870-1, *Carte de contrôle — Partie 1: Lignes directrices générales*

ISO 7873, *Cartes de contrôle de la moyenne arithmétique à limites de surveillance*

ISO 8258:1991, *Cartes de contrôle de Shewart*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14759fd0/iso-16055-2012>

ISO 8454, *Cigarettes — Dosage du monoxyde de carbone dans la phase gazeuse de la fumée de cigarette — Méthode IRND*

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

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

ISO 10362-2, *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée — Partie 2: Méthode de Karl Fischer*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

éprouvette de contrôle

échantillon produit en vue d'un essai donné, validé pour satisfaire aux exigences dans les limites de tolérance spécifiées, visant à être utilisé à des fins de laboratoire uniquement et étiqueté afin d'indiquer clairement qu'il n'est pas destiné à la consommation humaine

Note 1 à l'article: Une éprouvette de contrôle est un échantillon pris à partir d'une production de cigarettes qui présente une uniformité maximale du point de vue de leurs caractéristiques physiques et chimiques, ainsi que de leurs rendements en fumée.

3.2 valeur d'analyse

résultat, fondé sur 5 ou 20 articles (suivant le type de machine à fumer utilisée), d'un essai de fumage et d'une analyse réalisés conformément à l'ISO 4387, à l'ISO 8454, à l'ISO 10315 et à l'ISO 10362-1 (ou ISO 10362-2)

4 Exigences

4.1 Les éprouvettes de contrôle doivent provenir d'un seul lot de production.

4.2 Le nombre d'éprouvettes de contrôle à fabriquer doit couvrir les besoins d'une période d'au moins 2 ans.

4.3 Le scaferlati utilisé lors de la production doit être prélevé à partir d'un même lot bien mélangé pour des raisons d'uniformité (afin d'éviter que le mélange ne devienne hétérogène, il est recommandé d'utiliser, si possible, un tabac de même qualité, sans adjonction d'autres matières telles que côtes, humectants ou arômes).

4.4 Les matériaux utilisés, hors tabac et tels que le papier à cigarette ou les filtres, doivent provenir d'un même lot de fabrication. Des mesures strictes de contrôle de la qualité doivent être appliquées lors de la fabrication des filtres.

Les spécifications recommandées pour la fabrication de l'éprouvette de contrôle figurent dans l'[Annexe B](#).

Les exigences doivent désormais inclure un taux de monoxyde de carbone stable, dont l'obtention est facilitée par l'utilisation d'un filtre non ventilé. Il est donc recommandé que l'éprouvette de contrôle ne soit pas ventilée.

Si l'utilisation d'humectants sur le tabac est nécessaire, seul le glycérol est autorisé. Le propylène glycol ne peut pas être utilisé en raison de sa tension de vapeur élevée qui pourrait conduire à une perte de masse incontrôlée (et non détectée) pendant le conditionnement.

4.5 Les tolérances de fabrication pour la masse de tabac, la circonférence et la résistance au tirage de l'éprouvette de contrôle doivent être contrôlées aussi précisément que possible. Il sera normalement nécessaire d'accroître les mesures de contrôle de la qualité et de diminuer la vitesse de la machine de production pour obtenir l'uniformité requise en ce qui concerne les caractéristiques physiques, chimiques et de rendements en fumée des éprouvettes de contrôle. Le contrôle de la masse est essentiel pour la fabrication d'une éprouvette de contrôle fiable. Une trop grande variation de la masse contribue à provoquer des variations inacceptables dans les rendements en fumée. La valeur de l'écart-type de la masse pour une éprouvette de contrôle individuelle doit être inférieure à 16 mg.

4.6 Les éprouvettes de contrôle d'un lot doivent présenter des valeurs uniformes pour les teneurs en matière particulaire anhydre exempte de nicotine, en nicotine et en monoxyde de carbone dans leur rendement en fumée. Cette uniformité doit être évaluée par une étude comparative suffisamment importante, selon que l'éprouvette de contrôle est destinée à une utilisation locale ou plus large (voir l'ISO 5725-2).

4.7 Les éprouvettes de contrôle emballées doivent être conservées à une température inférieure ou égale à +4 °C jusqu'à leur utilisation.

NOTE D'autres normes de référence sur le tabac exigent une température de stockage inférieure à -16 °C pour des raisons d'hygiène. Normalement, une température de stockage de +4 °C est suffisante.

4.8 La conception du produit doit assurer des rendements en fumée (matière particulaire anhydre et exempte de nicotine (MPAEN), nicotine et monoxyde de carbone) suffisamment élevés pour chaque éprouvette de contrôle (~ 14 mg de MPAEN et de monoxyde de carbone, ~ 1,4 mg de nicotine), afin que

l'influence d'une éventuelle variation au niveau des réglages de la machine puisse être différenciée d'une variation normale des rendements en fumée.

4.9 Il est essentiel qu'une différenciation claire entre des éprouvettes de contrôle et des cigarettes commercialisées soit mise en place. Les éprouvettes de contrôle doivent être emballées par lots de 20 dans des paquets rigides, sur lesquelles doit figurer un message.

EXEMPLE Approuvé CORESTA, Éprouvette n° X, pour essais en laboratoire uniquement. Produit non commercialisé, date de fabrication.

5 Essais

Les essais auxquels le lot est soumis, y compris la détermination des valeurs pour le monoxyde de carbone, la matière particulaire anhydre exempte de nicotine et la nicotine présente dans la fumée, doivent être réalisés conformément à l'ISO 8454, à l'ISO 4387, à l'ISO 10315 et à l'ISO 10362-1 (ou ISO 10362-2 dans le cadre d'un essai interlaboratoires effectué conformément à l'ISO 5725-2. L'étude doit être réalisée en utilisant la longueur de mégot donnée dans la fiche technique qui accompagne l'éprouvette de contrôle.

Les éprouvettes de contrôle destinées à une utilisation quotidienne peuvent être réalisées par une entreprise particulière pour ses propres besoins. Cependant, pour des comparaisons interlaboratoires ou pour une comparaison de l'uniformité des analyses entre laboratoires, il est conseillé d'utiliser des éprouvettes de contrôle provenant d'une même source. Pour le moment, il est possible de se procurer une éprouvette de contrôle auprès du CORESTA¹⁾. L'uniformité des rendements en fumée de l'éprouvette de contrôle CORESTA fait chaque année l'objet d'un essai dans le cadre d'une étude comparative internationale évaluée conformément aux recommandations de l'ISO 5725-2.

(standards.iteh.ai)

6 Informations de la fiche technique

ISO 16055:2012

6.1 Généralités <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012>

Une fiche technique émise par la source d'approvisionnement de l'éprouvette de contrôle doit être jointe. Elle doit comporter les informations spécifiées en 6.2 et en 6.3.

6.2 Spécifications générales de fabrication

Spécifications relatives à la longueur, au diamètre, à la longueur du filtre, à la longueur des manchettes et au matériau constitutif du filtre.

6.3 Valeurs de l'analyse obtenues à l'issue de l'essai interlaboratoires

Les résultats de l'essai interlaboratoires de l'éprouvette de contrôle doivent inclure les éléments suivants:

- la longueur de mégot utilisée;
- le type de machine à fumer utilisée;
- la moyenne et l'écart-type des résultats concernant la nicotine présente dans la fumée;
- la moyenne et l'écart-type des résultats concernant la matière particulaire anhydre exempte de nicotine;
- la moyenne et l'écart-type des résultats concernant le monoxyde de carbone présent dans la fumée;
- l'intervalle de confiance bilatéral pour les valeurs moyennes avec un niveau de confiance de 95 %.

1) Adresse: CORESTA, 11, rue du Quatre-Septembre, F-75002 Paris. www.coresta.org

7 Utilisation

7.1 Généralités

Les éprouvettes de contrôle sont utilisées pour contrôler la stabilité des processus analytiques lorsqu'une machine à fumer conformément à l'ISO 3308 est utilisée pour des analyses de routine. En particulier, elles sont utilisées pour évaluer si le processus analytique de fumage de cigarettes [décrit dans l'ISO 3402, l'ISO 4387, l'ISO 8454, l'ISO 10315 et l'ISO 10362-1 (ou ISO 10362-2)] est «en état de maîtrise statistique» (voir l'ISO 7870-1).

NOTE 1 Les éprouvettes de contrôle étant produites à des fins de maîtrise du processus, la conception du produit est choisie de manière à obtenir des rendements en fumée adaptés, même s'ils ne correspondent pas aux restrictions de déclaration officielle. Dans ce contexte, il convient que l'éprouvette de contrôle ne soit pas considérée comme une cigarette en vente dans le commerce.

L'utilisation en routine des éprouvettes de contrôle peut varier d'un laboratoire à l'autre selon le type de machine à fumer analytique choisi parmi les deux couramment utilisés. Le principe général est d'évaluer l'uniformité des valeurs des paramètres essentiels (tels que le nombre de mégots, le monoxyde de carbone dans la phase gazeuse, la matière particulaire totale, la nicotine et l'eau dans le condensat de fumée et la matière particulaire anhydre exempte de nicotine) à l'aide de cartes de contrôle.

Les éprouvettes de contrôle ne doivent pas servir à des fins d'étalonnage, et les résultats obtenus avec ces éprouvettes ne doivent pas être utilisés pour corriger ou calculer des données d'analyse à partir d'échantillons à analyser.

Les rendements en fumée se fondent normalement sur le fumage d'au moins 20 éprouvettes de contrôle/cigarettes tel que décrit dans l'ISO 4387.

Le fumage de 20 cigarettes donnera un seul résultat moyen à partir d'une machine à fumer rotative, alors qu'une machine linéaire donnera 4 résultats moyens à partir du fumage de 5 cigarettes sur chacun de 4 canaux. Cela signifie que la variabilité du procédé de fumage doit être évaluée par différentes méthodes pour les deux machines à fumer. En ce qui concerne la machine rotative, la variabilité peut être estimée sous forme d'une variation «entre cycles de fumage», alors que la variabilité pour la machine linéaire peut être estimée à partir des 4 résultats individuels de 4 canaux. En d'autres termes, la variabilité du processus à partir de la machine à fumer rotative est fondée sur des résultats individuels «indépendants», tandis que la variabilité relative à la machine linéaire peut être fondée sur 4 résultats d'un même cycle de fumage mais provenant de 4 canaux «indépendants».

Cela signifie qu'il faut utiliser différents types de cartes de contrôle pour les deux machines à fumer. En pratique, le choix doit être effectué en fonction des demandes réelles, et ne peut pas être spécifié pour répondre à tous les besoins. L'Annexe A donne des recommandations et des exemples d'utilisation pratique des cartes de contrôle.

NOTE 2 Ces recommandations s'appuient sur la statistique décrite dans l'ISO 7870-1, l'ISO 7873 et l'ISO 8258 ainsi que sur l'expérience acquise lors de l'utilisation quotidienne.

La Figure 1 illustre l'utilisation des éprouvettes de contrôle dans le cadre des analyses de fumage de routine.

IMPORTANT — Lors de l'analyse de la carte de contrôle, toujours rechercher les causes assignables conformément à l'ISO 8258 et à l'ISO 7873.

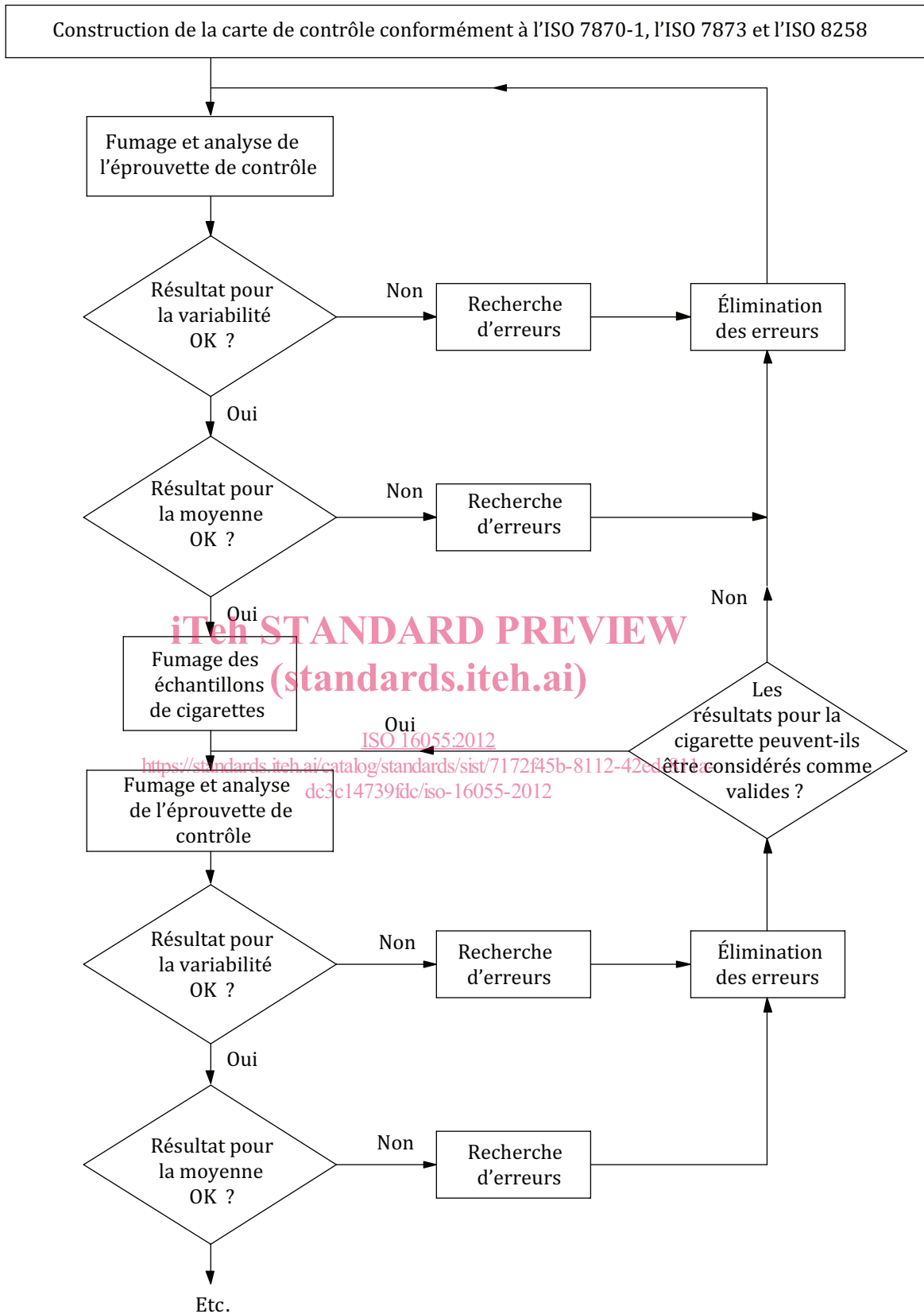


Figure 1 — Organigramme de l'utilisation des éprouvettes de contrôle lors du fumage analytique de routine

7.2 Modes opératoires pratiques d'utilisation d'éprouvettes de contrôle

Les modes opératoires pratiques d'utilisation des éprouvettes de contrôle se fondent sur la condition que l'uniformité d'un processus peut être évaluée par l'analyse d'échantillons de contrôle à des intervalles choisis et par la comparaison des résultats d'essais représentés graphiquement sur une carte de contrôle (voir l'ISO 7870-1).

La fréquence à laquelle les éprouvettes de contrôle doivent être analysées ne peut pas être spécifiée. Elle dépend du besoin local. Cependant, les observations suivantes décrivent l'importance d'un choix pratique (voir aussi l'ISO 8258:1991, 10.4).

Sous réserve que le processus d'analyse soit uniforme (stable), on suppose que tous les résultats d'analyse obtenus entre deux résultats valides à partir des éprouvettes de contrôle sont également valides. Par contraste, des résultats obtenus pendant une période qui commence par un résultat de vérification valide et finit par un résultat de vérification non valide doivent être considérés comme non valides jusqu'à la preuve de leur validité à la suite de recherches supplémentaires. Il existe donc un risque de devoir rejeter ces résultats et de devoir recommencer l'analyse. Pour éviter de perdre un grand nombre de résultats, il est essentiel d'analyser l'éprouvette de contrôle à des intervalles qui ne soient pas «trop importants». Un équilibre se crée ainsi entre la capacité d'analyse et le besoin de confirmation de l'uniformité.

Le mode opératoire diffère pour les deux types de machines à fumer, mais il repose naturellement sur le même principe: fumage séquentiel et confirmation de la validité des résultats par fumage.

Le mode opératoire suivant peut être recommandé.

Pour la machine à fumer rotative: Au début d'une série d'analyses de fumage, un cycle de fumage et une analyse sont réalisés sur l'éprouvette de contrôle. À des intervalles pratiques (par exemple tous les 10 ou 15 cycles de fumage), il convient de répéter ce mode opératoire, en finissant la journée par le fumage de l'éprouvette de contrôle.

Pour la machine à fumer linéaire: Au début d'une série d'analyses de fumage, l'éprouvette de contrôle est fumée sur plusieurs canaux (4 sont normalement suffisants dans un programme de fumage). Pendant le fumage au cours de la journée, cela peut être répété à une fréquence pratique d'éprouvettes de contrôle fumées sur 4 canaux tous les 2 ou 3 cycles de fumage. Afin de garantir la meilleure information possible, il est important que l'éprouvette de contrôle soit répartie de façon uniforme sur les 20 canaux sur une période de temps.

7.3 Utilisation pratique des cartes de contrôle

Les valeurs analytiques de fumage et de l'analyse des éprouvettes de contrôle sont relevées sur les cartes de contrôle correspondantes (voir l'Annexe A ainsi que l'ISO 7870-1, l'ISO 7873 et l'ISO 8258) afin de pouvoir évaluer les résultats obtenus pour la moyenne et la variabilité.

Il est possible d'utiliser des cartes de contrôle, que les valeurs types soient données ou non (voir l'ISO 8258:1991, 4.1, 4.2 et Article 12). Cela signifie que les cartes de contrôle peuvent être construites pour un laboratoire individuel sans connaître les valeurs cibles officielles pour l'éprouvette de contrôle, mais la carte de contrôle peut également être réalisée en référence aux valeurs cibles.

Les cartes de contrôle peuvent présenter des seuils d'alerte et d'intervention (voir l'ISO 7873) ou présenter seulement un ensemble de limites de contrôle (voir l'ISO 8258). Quel que soit le type de carte de contrôle utilisé pour évaluer correctement l'uniformité du processus d'analyse, il est très important que les règles de recherche des causes assignables (voir l'ISO 8258:1991, Introduction et Article 7) soient respectées.

L'utilisation des cartes de contrôle, avec ou sans valeurs cibles, combinées à un ou deux ensembles de limites de contrôle, est une question de choix qui dépend des besoins réels. Il peut être pratique de combiner les valeurs cibles de l'essai interlaboratoires avec les résultats de la propre vérification de routine du laboratoire individuel, mais cela peut également ne pas être réalisable pour les laboratoires dont les moyennes d'analyse diffèrent des valeurs cibles. Dans ces cas, la vérification de l'uniformité est perturbée par l'obstruction des limites données par les valeurs cibles officielles et il peut être préférable

de déterminer une différence possible entre la moyenne locale et la moyenne officielle par d'autres méthodes statistiques pour les différences de variances et de moyennes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16055:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7172f45b-8112-42ed-811a-dc3c14739fdc/iso-16055-2012>