

---

---

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

**Partie 2:  
Méthode de Karl Fischer**

*Cigarettes — Determination of water in smoke condensates —*

*Part 2: Karl Fischer method*  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 10362-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013>



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

ISO 10362-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013>



**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>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
6.1    Généralités.....	2
6.2    Prise d'essai.....	2
6.3    Essai à blanc.....	3
6.4    Étalonnage du réactif de Karl Fischer.....	3
6.5    Détermination.....	4
<b>7</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

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

[ISO 10362-2:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013>

## 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 10362-2:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-86417897f085/iso-10362-2:2013>

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*

## Introduction

Aucun régime de fumage mécanique ne peut reproduire parfaitement le comportement des fumeurs:

- il est recommandé que les cigarettes soient aussi soumises à essai sous les conditions d'une différente intensité de fumage mécanique que celles spécifiées dans la présente Norme internationale;
- l'essai de fumage mécanique permet de caractériser les émissions des cigarettes pour des besoins de conception et de réglementation, mais communiquer aux fumeurs les résultats de mesures sur machine peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risque selon les marques;
- les données concernant l'émission de fumées obtenues par des mesurages mécaniques peuvent être utilisées comme des données de base pour l'évaluation des dangers du produit mais elles ne constituent pas des mesures valables de l'exposition des individus et des risques, et ce n'est pas leur but. C'est faire un usage impropre des essais réalisés conformément aux Normes ISO que de communiquer que les différences de mesures mécaniques entre différents produits correspondent à des différences de niveaux d'exposition ou de risque.

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

[ISO 10362-2:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013>

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

ISO 10362-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071b30d3-4868-4f32-9c64-064d588e9fe9/iso-10362-2-2013>

# 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 spécifie 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 du courant principal de fumée 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 L'ISO 4387 spécifie le dosage de l'eau dans les solutions de condensat de fumée par chromatographie gazeuse (voir aussi l'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 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 3308, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes* — Définition 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

### 3 Principe

Dissolution du condensat de fumée du courant principal de fumée dans un solvant. Détermination 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 de qualité 2 selon l'ISO 3696 ou de qualité supérieure.

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

NOTE Le propan-2-ol 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, peut être obtenu dans le commerce sous deux formes:

- 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.

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 à l'alinéa ATTENTION concernant l'élimination des produits usés en [6.4.1](#).

**4.3 Méthanol**, CH<sub>3</sub>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, en particulier, les 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 l, dont la base est munie d'une sortie connectée à une pipette de 25 ml automatique à double action ou d'une pipette électronique, et le goulot d'un piège à humidité contenant du gel de silice. 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**, d'une capacité de 20 µl.

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

**5.5 Four à air chaud**, capable de maintenir une température de (105 ± 5) °C.

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

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Généralités

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 ± 5) °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.

### 6.2 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 piégeage de la fumée 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 de 150 ml pour un filtre de 44 mm de diamètre, et de 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 dans la fiole.

Introduire un volume approprié de solvant d'extraction (4.1) dans la fiole. Le filtre doit être recouvert par le solvant. 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 désagrège pas. On obtient ainsi la solution de condensat de fumée.

### 6.3 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.

### 6.4 Étalonnage du réactif de Karl Fischer

#### 6.4.1 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) 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.

Procéder à un second mesurage, noter à nouveau le résultat du titrage, puis recommencer une troisième fois. Calculer le volume moyen du titrage ( $V_T$ ).

Étalonner le réactif de Karl Fischer chaque jour de travail.