
**Cigarettes — Dosage de l'eau dans la
matière particulaire totale du courant
principal de fumée —**

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Cigarettes — Determination of water in total particulate matter from
the mainstream smoke —*

Part 1: Gas-chromatographic method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a56571-75c6-4f19-9710-8aaf2baa1723/iso-10362-1-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a56571-75c6-4f19-9710-8aaf2baa1723/iso-10362-1-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	3
7.1 Prise d'essai.....	3
7.2 Mise en marche de l'appareillage.....	3
7.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse.....	3
7.4 Essai à blanc.....	4
7.5 Détermination.....	4
8 Autres modes opératoires de chromatographie en phase gazeuse	4
8.1 Généralités.....	4
8.2 Colonnes remplies.....	4
8.3 Colonnes capillaires.....	4
8.4 Conditions de chromatographie en phase gazeuse.....	5
9 Expression des résultats	5
10 Répétabilité et reproductibilité	6
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Utilisation de la présente méthode en association avec la méthode de dosage de la nicotine	8
Bibliographie	9

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 10362-1:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également l'Amendement ISO 10362-1:1999/AMD 1:2011. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'un mode opératoire avec colonne capillaire comme autre mode opératoire de chromatographie en phase gazeuse;
- mise à jour des estimations des limites de répétabilité (r) et des limites de reproductibilité (R).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 10362 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document peut être considéré comme appartenant à une série de normes décrivant la détermination de la matière particulaire totale et de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine (MPAEN) dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée. Cette série comprend l'ISO 3308, l'ISO 3402, l'ISO 4387, l'ISO 8243, l'ISO 10315 et le présent document.

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.

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

- il est recommandé que les cigarettes soient aussi soumises à essai dans des conditions d'intensité de fumage mécanique différentes de celles spécifiées dans le présent document;
- 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 mesures 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 ou 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.

[ISO 10362-1:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a56571-75c6-4f19-9710-8aaf2baa1723/iso-10362-1-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10362-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a56571-75c6-4f19-9710-8aaf2baa1723/iso-10362-1-2019>

Cigarettes — Dosage de l'eau dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée —

Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage de l'eau par chromatographie en phase gazeuse dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée. 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 le présent document est également applicable au dosage de l'eau dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée obtenue par un fumage non normalisé.

NOTE Dans les pays qui ne sont pas en mesure d'utiliser la méthode par chromatographie en phase gazeuse, le dosage de l'eau dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée est effectué selon la méthode de Karl Fischer (voir l'ISO 10362-2). Dans ces cas, les valeurs obtenues pour l'eau dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée sont utilisées moyennant une note ajoutée à l'expression des résultats.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Dissolution de la matière particulaire totale 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 la matière particulaire totale du courant principal de fumée.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Gaz vecteur, hélium ou azote (voir la note en 7.2) ou hydrogène (voir la note en 8.4).

5.2 Propan-2-ol, avec une teneur maximale en eau de 1,0 mg/ml.

5.3 Étalon interne, éthanol ou méthanol (d'une pureté d'au moins 99 %).

5.4 Solution d'extraction, propan-2-ol (5.2) contenant l'étalon interne (5.3) en concentration appropriée qui se situe, en général, dans une plage comprise entre 1 ml/l et 5 ml/l.

Toute solution d'extraction qui n'est pas conservée dans un laboratoire à température contrôlée doit être ramenée à l'équilibre à (22 ± 2) °C avant utilisation.

Pour éviter l'absorption de l'eau, le récipient contenant la solution d'extraction doit être pourvu d'un piège à eau et doit être maintenu hermétiquement scellé. La solution d'extraction doit être agitée constamment pour s'assurer de l'homogénéité de la concentration en eau.

5.5 Substance de référence, conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696:1987, ou mieux.

5.6 Solutions d'étalonnage

Préparer une série d'au moins quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations en eau ajoutée couvrent la plage attendue dans la prise d'essai (généralement jusqu'à 4 mg/ml) en ajoutant des volumes pesés d'eau (5.5) à la solution d'extraction (5.4). Une de ces solutions d'étalonnage doit être la solution d'extraction sans eau ajoutée (blanc de solution d'extraction).

Pour éviter l'absorption de l'eau, toutes les solutions doivent être maintenues hermétiquement scellées. Les solutions d'étalonnage doivent être préparées à l'aide d'une solution d'extraction provenant du même lot que celui utilisé en 7.1.

Les solutions d'étalonnage sont connues pour être stables pendant au moins une semaine lorsqu'elles sont conservées correctement, mais il convient que le laboratoire vérifie la stabilité de la solution d'étalonnage.

6 Appareillage

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

6.1 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 avant utilisation.

6.2 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 Q¹⁾, de 150 µm (100 mesh) à 190 µm (80 mesh).

1) Porapak Q 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.

La colonne est, de préférence, en acier inoxydable désactivé, mais d'autres matériaux tels que le verre ou le nickel peuvent être utilisés. D'autres phases stationnaires peuvent être utilisées (voir l'[Article 8](#)).

6.3 Système d'alimentation, de préférence automatisé, capable de délivrer le volume de solution d'extraction ([5.4](#)) nécessaire.

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant la matière particulaire totale obtenue par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes dans un volume fixe de solution d'extraction ([5.4](#)), 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 [7.3](#)), à condition de disposer d'un volume suffisant pour l'extraction effective de la matière particulaire totale. Il convient de réaliser l'analyse dès que possible, mais si le stockage est inévitable, conserver l'échantillon entre 0 °C et 4 °C. Il convient que le laboratoire vérifie la stabilité de la prise d'essai. Pour le fumage normalisé, se reporter à l'ISO 4387.

7.2 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareillage en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse ([6.1](#)) 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 solution d'extraction.

Les conditions opératoires suivantes sont appropriées:

- 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 d'injection: 2 µl.

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

7.3 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse

Injecter successivement une partie aliquote (2 µl) de chacune des solutions d'étalonnage ([5.6](#)) dans le chromatographe. Enregistrer les aires des pics de l'eau et de l'étalon interne ([5.3](#)). Effectuer la détermination au moins deux fois.

Calculer le rapport du pic de l'eau au pic de l'étalon interne à partir des valeurs des aires du pic pour chacune des solutions d'étalonnage, y compris le blanc de solution d'extraction. Tracer la courbe des concentrations en eau en fonction des rapports des aires et calculer une équation de régression linéaire des rapports des aires de pics en fonction de la concentration à partir de ces valeurs.