

FINAL
DRAFT

INTERNATIONAL
STANDARD

ISO/FDIS
16632

ISO/TC 126

Secretariat: DIN

Voting begins on:
2021-05-10

Voting terminates on:
2021-07-05

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 16632](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632>

RECIPIENTS OF THIS DRAFT ARE INVITED TO SUBMIT, WITH THEIR COMMENTS, NOTIFICATION OF ANY RELEVANT PATENT RIGHTS OF WHICH THEY ARE AWARE AND TO PROVIDE SUPPORTING DOCUMENTATION.

IN ADDITION TO THEIR EVALUATION AS BEING ACCEPTABLE FOR INDUSTRIAL, TECHNOLOGICAL, COMMERCIAL AND USER PURPOSES, DRAFT INTERNATIONAL STANDARDS MAY ON OCCASION HAVE TO BE CONSIDERED IN THE LIGHT OF THEIR POTENTIAL TO BECOME STANDARDS TO WHICH REFERENCE MAY BE MADE IN NATIONAL REGULATIONS.



Reference number
ISO/FDIS 16632:2021(E)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 16632](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632>



COPYRIGHT PROTECTED DOCUMENT

© ISO 2021

All rights reserved. Unless otherwise specified, or required in the context of its implementation, no part of this publication may be reproduced or utilized otherwise in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying, or posting on the internet or an intranet, without prior written permission. Permission can be requested from either ISO at the address below or ISO's member body in the country of the requester.

ISO copyright office
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Phone: +41 22 749 01 11
Email: copyright@iso.org
Website: www.iso.org

Published in Switzerland

Contents

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	1
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Manipulation de l'échantillon.....	4
8.2 Préparation de l'échantillon.....	4
8.3 Mise en marche de l'appareillage.....	4
8.4 Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse.....	5
8.4.1 Mode opératoire.....	5
8.4.2 Essai à blanc.....	6
8.4.3 Détermination.....	6
9 Expression des résultats	6
10 Répétabilité et reproductibilité	6
11 Autres méthodes de chromatographie en phase gazeuse et précautions à prendre pour l'analyse	8
11.1 Généralités.....	8
11.2 Autres colonnes.....	8
11.2.1 Colonne remplie.....	8
11.2.2 Colonne capillaire.....	8
12 Rapport d'essai	9
Bibliographie	10

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 le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 16632:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- extension du domaine d'application de la méthode pour inclure les cigares et les produits sans fumée de référence ;
- ajout des tableaux de reproductibilité (*R*) et de répétabilité (*r*) tirés de l'étude internationale de 2018.

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 spécifie une méthode de chromatographie en phase gazeuse pour la détermination de la teneur en eau du tabac et des produits du tabac. Des études collaboratives indépendantes menées en 2002 et 2018 ont vérifié l'utilisation de la méthode spécifiée sur une variété de tabacs bruts et de produits du tabac tels que le tabac sans fumée et le tabac de remplissage de cigarettes ou de cigares.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 16632](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 16632

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632>

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de chromatographie en phase gazeuse (CPG) pour la détermination de la teneur en eau. Il s'applique au tabac brut ainsi qu'au tabac provenant de produits finis. Cette méthode est adaptée aux teneurs en eau dont la fraction massique est comprise entre 2 % et 55 %.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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 <https://www.electropedia.org/>

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 CPG sur colonne capillaire avec détection par conductivité thermique, en utilisant l'isopropanol comme étalon interne.

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 ou azote.

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.

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

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

5.6 **Dessécheur** : gel de silice¹⁾ fraîchement activé ou autre agent efficace.

5.7 Solutions d'étalonnage

5.7.1 Généralités

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) à la solution d'extraction (5.5). L'une de ces solutions d'étalonnage doit être la solution d'extraction sans eau ajoutée (blanc de solvant).

Pour éviter l'absorption de l'eau, le récipient contenant la solution d'extraction doit être pourvu d'un piège à eau et toutes les solutions doivent être maintenues hermétiquement scellées. La solution d'extraction doit être agitée constamment pour s'assurer de l'homogénéité de la concentration en eau. Les solutions d'étalonnage doivent être préparées à l'aide d'une solution d'extraction provenant du même lot que celui 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.

Le mode opératoire de préparation des étalons est indiqué à titre d'exemple et est applicable pour la gamme de produits concernée par l'étude collaborative^[1].

Voir le [Tableau 1](#).

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/FDIS 16632
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41b1dbb-30eb-44d7-ab9c-642b2e1de6b5/iso-fdis-16632>

5.7.2 **Solution mère aqueuse**. Transférer 25,000 g d'eau dans une fiole jaugée sèche de 500 ml. Diluer au volume avec la solution d'extraction (5.5) et mélanger.

5.7.3 **Étalons de travail**. Transférer les volumes spécifiés de solution mère aqueuse (5.7.2) conformément au tableau ci-dessous, dans des fioles jaugées sèches de 100 ml contenant environ 25 ml de solution d'extraction (5.5). Compléter jusqu'au volume final avec la solution d'extraction (5.5) et mélanger.

Tableau 1 — Préparation des solutions étalons de travail

Solutions d'étalonnage	Volume de solution mère aqueuse (ml)	Concentration finale d'eau (mg/ml)
1	0	0,0
2	5	2,5
3	10	5,0
4	20	10,0
5	30	15,0
6	40	20,0
7	50	25,0

1) Le gel de silice 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 l'approbation de ce produit.

Tableau 1 (continued)

Solutions d'étalonnage	Volume de solution mère aqueuse (ml)	Concentration finale d'eau (mg/ml)
8	60	30,0

NOTE Les solutions d'étalonnage indiquées dans cet exemple contiennent environ 2,0 ml d'étalon interne par litre. Le volume de solution mère aqueuse est ajouté au volume final de 100 ml.

6 Appareillage

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

La totalité de la verrerie utilisée pour la préparation et pour le dosage de l'eau doit être préparée afin d'éliminer les résidus d'eau éventuels. La verrerie jaugée doit être séchée à l'air et stockée dans un dessiccateur au-dessus d'un dessécheur (5.6) jusqu'à utilisation. Le reste de la verrerie doit être chauffé 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, par exemple de 125 ml de capacité, flacons secs équipés de bouchons serties, ou fioles coniques à bouchon en verre rodé, ou l'équivalent.

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, dotées de membranes filtrantes ayant une porosité de 0,45 µm, ou l'équivalent.

6.4 Fioles jaugées, par exemple de 100 ml et 500 ml de capacité, nécessaires pour la préparation de la solution mère aqueuse (5.7.2) et des solutions d'étalonnage (5.7.3).

6.5 Chromatographe en phase gazeuse, doté d'un détecteur de conductivité thermique, d'un passeur d'échantillons et d'un système d'acquisition de données.

6.6 Colonne : il a été démontré qu'il est approprié d'utiliser une colonne de silice fondue PLOT avec la phase stationnaire PoraPLOT U²⁾ (épaisseur du film : 20 µm), de 25 m de longueur et de 0,53 mm de diamètre intérieur (voir aussi l'Article 11).

6.7 Étuve, permettant de maintenir une température de (105 ± 5) °C.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage est réalisé de manière que l'échantillon d'essai du laboratoire soit représentatif de la population à soumettre à l'essai.

2) PoraPLOT U avec une épaisseur de film de 20 µm 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 l'emploi du produit ainsi désigné. Des colonnes équivalentes peuvent être utilisées s'il peut être démontré qu'elles conduisent aux mêmes résultats, c'est-à-dire que les analytes et les étalons internes sont suffisamment séparés des interférences.

8 Mode opératoire

8.1 Manipulation de l'échantillon

Il est recommandé de combiner et de mélanger suffisamment de prélèvements élémentaires pour constituer au moins 100 g de chaque sous-échantillon pour essai. Si une réduction de la taille est pratiquée, il convient de découper suffisamment l'échantillon 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.

8.2 Préparation de l'échantillon

Laisser un espace de tête suffisant dans le récipient d'extraction pour augmenter l'efficacité d'extraction.

Le poids de l'échantillon et le volume d'extraction peuvent être ajustés à condition que cela n'influe pas sur la détermination.

Peser ($5,0 \pm 0,25$) g d'échantillon (8.1) dans le récipient d'extraction sec (6.1). Noter le poids à 0,000 1 g près. Il est recommandé de préparer et d'analyser au moins deux prises d'essai pour chaque échantillon pour essai.

Le mode opératoire recommandé pour les produits en portions, tels que le snus, consiste à analyser toute la prise d'essai en découpant le sachet en deux et en ajoutant le tabac et le matériau du sachet dans le récipient d'extraction.

Introduire à la pipette 100,0 ml de solution d'extraction (5.5) dans le récipient d'extraction et sceller immédiatement le récipient. 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 $0,45 \mu\text{m}$ (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 $4 \text{ }^\circ\text{C}$ jusqu'à l'analyse par CPG en s'assurant de l'étanchéité des joints.

Si l'extrait n'est pas analysé le jour même, le conserver au réfrigérateur. L'échantillon doit être ramené à l'équilibre dans les conditions ambiantes avant l'analyse.

8.3 Mise en marche de l'appareillage

Mettre l'appareillage en marche et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (6.5) 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 $0,5 \mu\text{l}$ de solution d'extraction.

Les conditions opératoires suivantes sont appropriées :

- gaz vecteur : hélium ;
- vitesse linéaire : 30 cm/s à $50 \text{ }^\circ\text{C}$;
- température d'injection : $250 \text{ }^\circ\text{C}$;
- insert d'injection : insert approprié rempli 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 : $0,5 \mu\text{l}$;