
Norme internationale



4876

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Tabac et produits du tabac — Détermination des résidus d'hydrazide maléique

Tobacco and tobacco products — Determination of maleic hydrazide residues

Première édition — 1980-04-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4876:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c69a1cc-acb2-4b5e-a53b-272126c545be/iso-4876-1980>

CDU 663.97 : 543.8

Réf. n° : ISO 4876-1980 (F)

Descripteurs : tabac, analyse chimique, dosage, résidu chimique, méthode spectrophotométrique, matériel d'essai.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4876 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Suède
Australie	Inde	Suisse
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Bésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	Yougoslavie
Espagne	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne, R. F.

Tabac et produits du tabac — Détermination des résidus d'hydrazide maléique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination des résidus d'hydrazide maléique dans le tabac et les produits du tabac.

La méthode est applicable au tabac et produits du tabac et aux résidus provenant de l'hydrazide maléique utilisée sur les cultures de tabac, en tant qu'agent inhibiteur des bourgeons.

2 Références

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1770, *Thermomètres sur tige d'usage général*¹⁾.

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Echelle de porosité, classification et désignation*²⁾.

ISO 4874, *Tabac et produits du tabac — Conditions générales d'échantillonnage*²⁾.

3 Principe

Ebullition d'une prise d'essai dans une solution d'hydroxyde de sodium afin d'éliminer les composés basiques volatils. Addition de zinc en granulés et réduction, par l'hydrogène naissant, de l'hydrazide maléique en hydrazide succinique qui est ensuite hydrolysée. Distillation de l'hydrazide libérée et détermination spectrophotométrique de son complexe jaune avec du 4-diméthylaminobenzaldéhyde.

Si nécessaire, inclure une prédigestion acide de la prise d'essai et une purification du distillat sur du charbon actif.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 4-diméthylaminobenzaldéhyde, solution à 20 g/l dans de l'acide sulfurique 0,5 M.

4.1.1 Purification du réactif

Dissoudre 20 g de 4-diméthylaminobenzaldéhyde dans 150 ml d'éthanol absolu. Ajouter 5 g de charbon actif en poudre et agiter mécaniquement pendant 5 min. Filtrer sur un entonnoir Buchner et ajouter lentement, tout en remuant constamment, 200 ml d'eau à 0 °C au filtrat. Séparer par filtration les cristaux jaune-pâle ou blancs sur un entonnoir Buchner et laver les cristaux avec 50 ml d'eau froide. Sécher dans un dessiccateur à vide sur oxyde(V) de phosphore et conserver dans un flacon de couleur sombre.

4.1.2 Préparation de la solution de réactif

Dissoudre 2 g de cristaux purifiés dans 100 ml de solution d'acide sulfurique 0,5 M (4.6), filtrer à travers un filtre en verre fritté, si nécessaire.

Le réactif est stable pour une durée de 1 mois s'il est emmagasiné à l'abri de la lumière, dans un réfrigérateur, sinon le réactif doit être préparé chaque jour.

4.2 Hydrazide maléique, solution étalon correspondant à 10 µg/ml.

Peser, à 0,1 mg près, 10 mg d'hydrazide maléique pure, les dissoudre dans 100 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M (4.5) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

4.3 Zinc en granulés, de dimension granulométrique 500 µm, d'une masse volumique qui ne soit pas supérieure à 1,70 g/cm³.

Il a été constaté que la qualité du zinc a une importance primordiale. Il est recommandé que le zinc à utiliser soit contrôlé par une comparaison de la couleur produite par des solutions étalons de sulfate d'hydrazine et de 4-diméthylaminobenzaldéhyde, avec celle provenant de l'hydrazide maléique après réduction et distillation.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution 12,5 M.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 1770-1970).

2) Actuellement au stade de projet.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution 0,1 M.

4.6 Acide sulfurique, solution 0,5 M.

4.7 Chlorure de fer(II) tétrahydraté ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

Le réactif doit être contrôlé afin de s'assurer qu'aucune coloration ne se produit avec la solution de 4-diméthylamino-benzaldéhyde.

4.8 Agent anti-moussant (cire de paraffine ou huile végétale raffinée).

4.9 Granulés régulateurs d'ébullition

4.10 Huile à haut point d'ébullition, pour le logement d'un thermomètre.

4.11 Tabac, connu pour être exempt d'hydrazide maléique, et de caractéristique similaire à celui soumis à l'essai (voir note en 7.4).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Fioles jaugées à un trait, de capacité 25 ml, 100 ml et 1 000 ml, conformes aux spécifications de la classe A de l'ISO 1042.

5.2 Éprouvette graduée, de capacité 100 ml.

5.3 Bécher, de capacité 250 ml.

5.4 Entonnoir à plaque filtrante en verre fritté (entonnoir Buchner), porosité P 100, conforme aux spécifications de l'ISO 4793.

5.5 Appareil de distillation par entraînement à la vapeur (voir figure), comprenant

- un générateur de vapeur;
- un ballon à distillation et réaction;
- un réfrigérant;
- une plaque chauffante à réglage contrôlé.

Le ballon à distillation et réaction doit être un ballon de 500 ml à fond plat, à parois épaisses, équipé d'un joint sphérique et d'un logement destiné à recevoir un thermomètre gradué de 0 à 360 °C conforme aux spécifications de l'ISO/R 1770, désignation 9/75.

Le générateur de vapeur et le ballon à distillation doivent être raccordés par un robinet à trois voies. La troisième voie doit être utilisée pour évacuer la vapeur à travers un réfrigérant lorsqu'elle n'est pas utilisée. Ceci permet de maintenir la vitesse

constante d'ébullition lorsque l'on change le ballon à distillation.

Attention — L'ensemble de l'appareillage doit être entouré d'un écran de protection.

5.6 Spectrophotomètre, couvrant les longueurs d'ondes comprises entre 425, 455 et 485 nm et muni de cuves de 10 mm d'épaisseur.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4874.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon

Broyer l'échantillon dans un broyeur de laboratoire de façon que l'ensemble de l'échantillon broyé passe au travers d'un tamis de 2 mm d'ouverture de maille. Mélanger entièrement l'échantillon broyé.

7.2 Prises d'essai

Peser à 0,01 g près, 1 g de l'échantillon préparé ci-dessus.

7.3 Détermination

Si nécessaire, la digestion alcaline peut être précédée d'une prédigestion acide (voir annexe A).

7.3.1 Digestion alcaline

Transférer la prise d'essai dans le ballon à distillation et réaction. Ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), une petite quantité de l'agent anti-moussant (4.8) et quelques granulés (4.9). Introduire un thermomètre 0 à 360 °C dans le logement prévu contenant l'huile à haut point d'ébullition (4.10) et chauffer avec précaution, en remuant de temps en temps le contenu du ballon. Faire réduire le contenu dans le ballon jusqu'à ce que le thermomètre indique une température de 165 °C, ceci prend environ 10 à 15 min. Laisser refroidir pendant 5 min.

7.3.2 Distillation (voir annexe B)

Faire débiter la production de vapeur et placer l'éprouvette graduée de 100 ml (5.2), contenant 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) de façon que l'extrémité du tube rallonge de sortie du réfrigérant soit en-dessous de la surface de l'acide. Ajouter 0,5 g de chlorure de fer(II) (4.7) et 15 g de granulés de zinc (4.3) au contenu du ballon à distillation. Raccorder immédiatement le ballon à l'appareillage et commencer la distillation par admission de la vapeur dans le ballon et en chauffant son contenu à une température de 200 ± 10 °C. Durant la distillation, maintenir un courant rapide d'eau froide dans le réfrigérant. Maintenir le ballon à cette température durant la distillation afin de s'assurer que 100 ml de distillat sont recueillis en

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4876:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/4876-1980>

272126c545be/iso-4876-1980

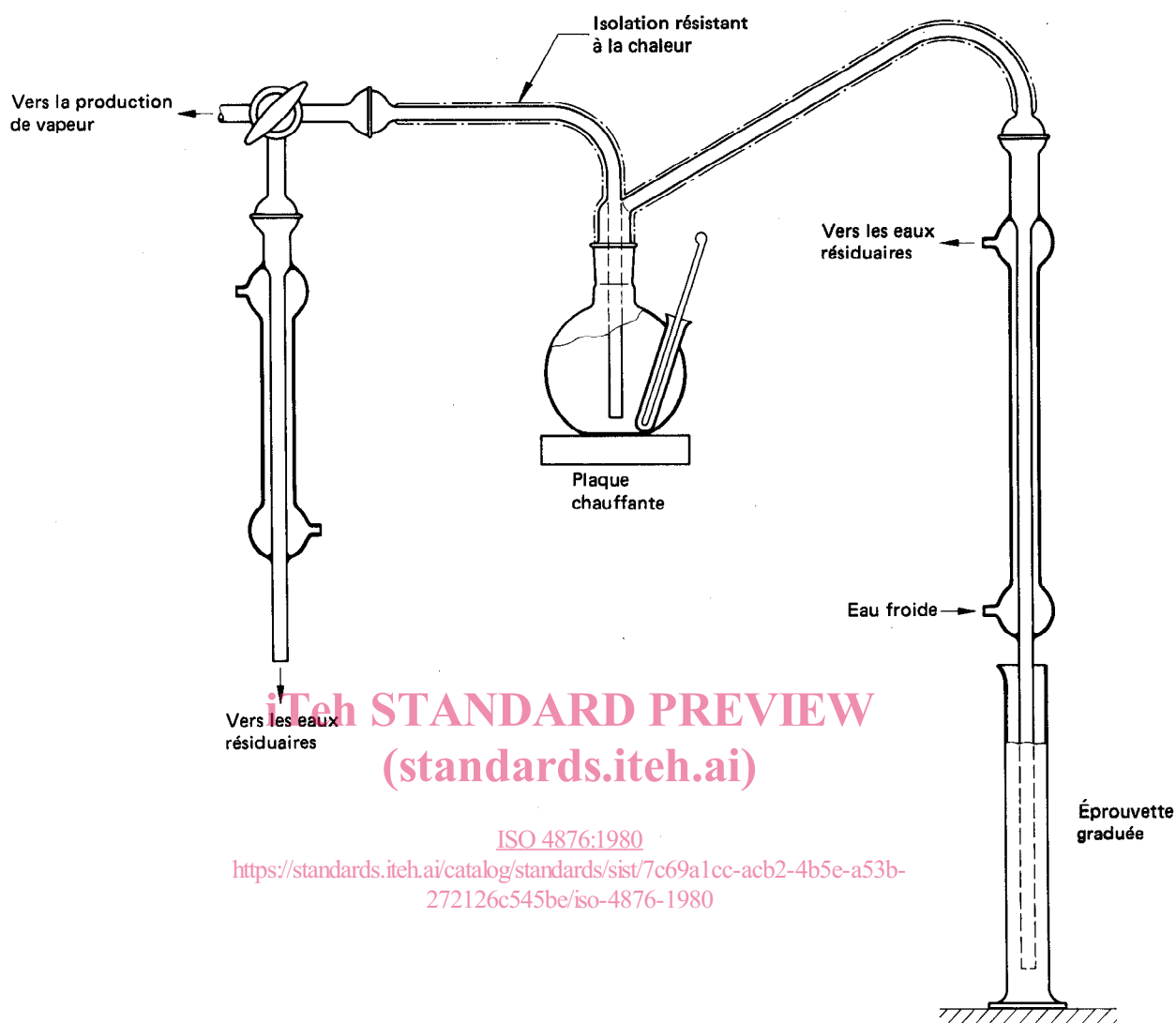


Figure — Appareillage pour la détermination de l'hydrazide maléique dans le tabac

20 min environ. Rincer l'extrémité du tube de rallonge de sortie du réfrigérant dans le distillat. Refroidir le distillat et filtrer à travers l'entonnoir à plaque filtrante en verre fritté (5.4) et recueillir le filtrat dans le bécher de 250 ml, en rinçant l'éprouvette et l'entonnoir avec environ 5 ml d'eau. Ajouter dans le bécher quelques granulés régulateurs d'ébullition et évaporer le contenu sur une plaque chauffante jusqu'à obtenir environ 6 ml, mais pas moins. On peut également concentrer le distillat dans un évaporateur rotatif.

Si nécessaire, le distillat peut être purifié avant de procéder à la suite des opérations (voir annexe A).

7.3.3 Réaction avec le 4-diméthylaminobenzaldéhyde

Refroidir le distillat obtenu comme décrit en 7.3.2, le transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 25 ml (5.1) et ajouter 2 ml de la solution 4-diméthylaminobenzaldéhyde (4.1) avant d'ajuster au trait repère avec de l'eau. Boucher la fiole, bien mélanger et conserver à l'abri de la lumière pendant environ 30 min.

7.3.4 Mesurages spectrophotométriques

Remplir une cuve de 10 mm avec la solution d'essai obtenue comme décrit en 7.3.3.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) à 2 ml de la solution de 4-diméthylaminobenzaldéhyde (4.1), diluer à 25 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et remplir la cellule de référence avec la solution ainsi préparée.

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à l'aide du spectrophotomètre (5.6) aux longueurs d'ondes de 425, 455 et 485 nm.

Calculer l'absorbance corrigée, A_{corr} , de la solution d'essai, au moyen de la formule

$$A_{455} - \frac{A_{425} + A_{485}}{2}$$

où A_{425} , A_{455} et A_{485} sont les absorbances observées de la solution d'essai respectivement à 425, 455 et 485 nm.

Si l'absorbance à 455 nm est supérieure à 0,8, diluer la solution d'essai avec un mélange de 2 ml de solution de 4-diméthylaminobenzaldéhyde (4.1) et de 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6), diluée à 25 ml avec de l'eau.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.

7.4 Courbe d'étalonnage

Ajouter des aliquotes de 0, 1, 2, 5 et 8 ml de la solution étalon d'hydrazide maléique (4.2) correspondant à 0 à 80 µg d'hydrazide maléique, à des portions de 1 g de tabac (4.11), et opérer comme décrit en 7.3.1, 7.3.2 et 7.3.3 ci-dessus.

Mesurer l'absorbance des solutions étalons d'essai ainsi préparées comme indiqué en 7.3.4. Établir une courbe d'étalonnage donnant l'absorbance correspondant à la teneur en hydrazide maléique, en microgrammes, dans les solutions étalons d'essai.

NOTE — Si aucun tabac approprié n'est disponible pour l'étalonnage, l'étalonnage de la solution d'hydrazide maléique, en l'absence de tabac est acceptable.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formule

Lire sur la courbe d'étalonnage, la quantité d'hydrazide maléique présente dans la solution de l'échantillon d'essai.

La teneur en hydrazide maléique, exprimée en microgrammes par gramme de tabac, est donnée par la formule :

$$\frac{m}{m_0} \times \frac{100}{100 - m_w}$$

où

m est la masse, en microgrammes, d'hydrazide maléique présente dans la solution de l'échantillon pour essai, lue d'après la courbe d'étalonnage;

m_0 est la masse, en grammes, de tabac prélevée constituant la prise d'essai;

m_w est la teneur moyenne en eau de l'échantillon.

Une correction doit être faite pour toute dilution ultérieure (voir 7.3.4).

Prendre comme résultat, la moyenne de deux valeurs, étant entendu que les conditions de répétabilité (8.2) sont satisfaites.

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou successivement sans attendre entre les deux opérations, par le même opérateur, ne doit pas être supérieure à 5 % de leur valeur moyenne, lorsque la valeur moyenne est supérieure à 10 µg/g, ou 1 µg/g lorsque la valeur moyenne est inférieure à 10 µg/g.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, (par exemple, un mode opératoire particulier décrit dans l'annexe A), ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Annexe A

Modes opératoires particuliers facultatifs

A.1 Généralités

A.1.1 Les protéines présentes dans le tabac peuvent parfois causer un excès de mousse pendant la digestion alcaline et les stades de distillation. L'introduction du stade de prédigestion acide décrit en A.2 détruit les matières protéiniques et réduit la formation de mousse.

A.1.2 Certains tabacs, spécialement ceux contenant une proportion importante de bases, contiennent des substances naturelles qui interfèrent avec la réaction et donnent une couleur rouge avec le 4-diméthylaminobenzaldéhyde. Un traitement du distillat avec du charbon actif comme décrit en A.3, élimine cette interférence.

A.1.3 Aucun de ces modes opératoires ne doit être utilisé, sauf si l'opérateur les considère comme nécessaires pour les échantillons particuliers soumis à l'essai.

A.2 Prédigestion acide

A.2.1 Réactifs supplémentaires requis

A.2.1.1 Acide chlorhydrique, solution à environ 3 M

Diluer 270 ml d'acide chlorhydrique à environ 1,18 g/ml à 1 000 ml avec de l'eau distillée et mélanger.

A.2.1.2 Hydroxyde de sodium, solution à 700 g/l.

A.2.2 Mode opératoire

Transférer la prise d'essai dans le ballon à distillation et à réaction. Ajouter 50 ml de l'acide chlorhydrique (A.2.1.1) et une petite quantité de cire de paraffine. Chauffer le ballon et faire bouillir le contenu à vitesse modérée jusqu'à ce que le volume soit réduit à un volume compris entre 20 et 25 ml. Laver les parois du ballon avec environ 25 ml d'eau et faire bouillir de nouveau jusqu'à ce que le volume soit compris entre 20 et 25 ml. Laisser refroidir.

NOTE — Le tabac partiellement digéré peut être laissé dans cet état pour la nuit, mais si l'hydroxyde de sodium a été ajouté, la méthode doit être terminée aussi vite que possible.

Ajouter lentement et en remuant, 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (A.2.1.2) et procéder à la digestion alcaline comme en 7.3.1.

A.3 Nettoyage au charbon

A.3.1 Réactif supplémentaire requis

A.3.1.1 Charbon actif¹⁾

A.3.2 Mode opératoire

Agiter le distillat obtenu comme décrit en 7.3.2 avec 2 g de charbon actif (A.3.1.1) durant 1 min et filtrer avant de procéder à la concentration à 6 ml décrite en 7.3.2.

1) Un matériau approprié est disponible dans le commerce. Des détails peuvent être obtenus auprès du Secrétariat de l'ISO/TC 126 (DIN, Allemagne, R. F.) ou du Secrétariat central de l'ISO.

Annexe B

Notes concernant le mode opératoire pour la distillation

B.1 Un écran de protection doit être placé devant l'appareillage durant la distillation.

B.2 Après la distillation, retirer le ballon chaud de l'appareillage en utilisant des gants résistant à la chaleur et en portant des lunettes de protection. Enlever le thermomètre et obturer le logement avec un petit bouchon. Rincer le tube d'entrée de la vapeur jusqu'à ce qu'il soit exempt d'hydroxyde de sodium. Verser le contenu du ballon à distillation sur un tamis en acier placé sur un évier, afin de récupérer les granulés de zinc et rincer le ballon trois fois avec de l'eau et deux fois avec une solution d'acide chlorhydrique à 10 % (V/V) afin d'enlever les bases caustiques et les granulés de zinc incrustés. Remplir le ballon avec la solution d'acide chlorhydrique qui y séjournera jusqu'à la prochaine utilisation.

Rincer trois fois le ballon à l'eau avant une nouvelle utilisation. Il est essentiel d'éliminer tout le zinc résiduel, du fait qu'il pourrait

causer une décomposition prématurée de l'hydrazide maléique au stade de la prédigestion lors de sa prochaine détermination.

B.3 Les ballons à distillation doivent être régulièrement contrôlés, car ils ont une durée de vie très limitée, du fait de l'action de la solution concentrée d'hydroxyde de sodium.

B.4 Une graisse siliconée pour vide poussé doit être utilisée pour tous les joints sphériques de l'appareillage. Lors de l'addition de chlorure de fer(II) et de granulés de zinc au contenu du ballon à distillation, des précautions doivent être prises afin qu'aucune particule n'adhère à la graisse, ce qui nuirait à la bonne étanchéité du joint.

B.5 Des précautions doivent être prises lors de l'élimination des particules de zinc résiduel en raison du risque d'incendie.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4876:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c69a1cc-acb2-4b5e-a53b-272126c545be/iso-4876-1980>