

---

# Norme internationale



# 6466

---

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

---

## Tabac et produits du tabac — Détermination des résidus de pesticides dithiocarbamates — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

*Tobacco and tobacco products — Determination of dithiocarbamate pesticides residues — Molecular absorption spectrometric method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1983-06-15

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6466:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54773a8f-56a6-49da-a915-88e19731d82e/iso-6466-1983>

---

CDU 663.97 : 543.8 : 632.95.028

Réf. n° : ISO 6466-1983 (F)

Descripteurs : tabac, analyse chimique, dosage, résidu chimique, pesticide.

## 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 6466 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, et a été soumise aux comités membres en mars 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54773a8f-56a6-49da-a915-88e19794820/iso-6466-1983">ISO 6466:1983</a>
Allemagne, R.F.	Inde	Suède
Autriche	Iraq	Suisse
Belgique	Italie	Tanzanie
Brésil	Malaisie	Tchécoslovaquie
Cuba	Pays-Bas	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	Turquie
France	Royaume-Uni	URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Tabac et produits du tabac – Détermination des résidus de pesticides dithiocarbamates – Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour la détermination des résidus de pesticides du type dithiocarbamate dans le tabac et les produits du tabac.

La méthode est applicable à la détermination, dans le tabac et les produits du tabac, des résidus de pesticides dithiocarbamates utilisés couramment dans la culture du tabac.

## 2 Références

ISO 1750, *Produits phytosanitaires et assimilés — Noms communs*.

ISO 4874, *Tabac — Échantillonnage des lots de matières premières — Principes généraux*.

ISO 6488, *Tabac — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence)*.

## 3 Définition

**teneur en résidus de pesticides dithiocarbamates** : Quantité de bisulfure de carbone, en milligrammes par kilogramme d'échantillon, déterminée suivant la méthode spécifiée.

NOTE — Si nécessaire et si l'identité du pesticide dithiocarbamate dans l'échantillon est connue, la teneur en résidus de pesticides dithiocarbamates peut être exprimée en plus sous la forme de ce dithiocarbamate en utilisant le facteur approprié (voir 9.3).

## 4 Principe

Décomposition des dithiocarbamates dans une prise d'essai par chauffage avec de l'acide chlorhydrique en présence de chlorure d'étain(II). Distillation du bisulfure de carbone formé et absorption dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium après élimination des substances interférentes par passage à travers l'acide sulfurique. Détermination par spectrométrie du dithiocarbonate de potassium-*O*-méthyl formé.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. Utiliser de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**5.1 Acide sulfurique**, de concentration 96 à 98 % (*m/m*).

**5.2 Hydroxyde de potassium**, solution à environ 1 mol/l, dans du méthanol à 95 % (*V/V*). S'il y a quelque sédiment, filtrer la solution avant emploi en utilisant du papier filtre à plis.

**5.3 Chlorure d'étain(II)** (SnCl<sub>2</sub> solide).

**5.4 Acide chlorhydrique**, solution aqueuse.

Ajouter à 150 ml d'eau distillée 75 ml d'acide chlorhydrique de concentration 37 à 38 % (*m/m*).

**5.5 Diéthylthiocarbamate de sodium**, solution étalon, correspondant à 10 mg de bisulfure de carbone par litre.

Dissoudre 29,6 mg de diéthylthiocarbamate de sodium trihydraté dans 1 000 ml d'eau. Préparer la solution le jour même de son utilisation.

1 ml de cette solution étalon équivaut à 10 µg de bisulfure de carbone.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

**6.1 Appareil de distillation** (voir la figure), comprenant

**6.1.1 Ballon à fond rond et à trois cols** (A), de capacité 250 ml.

**6.1.2 Réfrigérant** (B).

**6.1.3 Réservoir** (C).

**6.1.4 Tube d'admission d'azote dans le ballon (D).**

**6.1.5 Flacons laveurs (E et F),** dont les tubes de distribution sont munis d'un verre fritté (dimensions des pores de 160 à 250 µm) pour l'absorption des produits de distillation.

NOTE — À la place des flacons laveurs montrés sur la figure, d'autres dispositifs d'absorption peuvent être utilisés sous réserve qu'ils se soient révélés aussi efficaces.

**6.2 Source d'azote,** équipée d'un robinet à trois voies.

**6.3 Spectromètre,** permettant de faire des mesures dans la région des ultraviolets à 272, 302 et 332 nm, équipé de cuves en silice de 10 mm.

**7 Échantillonnage**

Prélever les échantillons conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 4874.

**8 Mode opératoire**

**8.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

Si possible, utiliser un échantillon pour essai sous forme de tabac haché ou de scaferlati pour cigarette, sans autre préparation. Si l'on ne dispose pas d'échantillon de ce genre, découper l'échantillon pour essai aux dimensions voulues.

NOTE — Le séchage et le broyage du tabac provoquent des pertes de dithiocarbamates.

**8.2 Prises d'essai**

**8.2.1** Peser, à 10 mg près, deux prises d'essai de 5 g environ à partir de l'échantillon pour essai. Effectuer l'essai avec chaque prise d'essai suivant le mode opératoire spécifié en 8.3 et 8.4.

**8.2.2** En procédant comme spécifié en 8.2.1, prélever une autre prise d'essai et l'utiliser pour déterminer la teneur en eau contenue dans l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 6488 si le résultat doit être calculé sur la base du tabac exempt d'eau.

**8.3 Distillation**

**8.3.1** Transférer une des prises d'essai (8.2.1) dans le ballon (A) de l'appareil de distillation (6.1) et ajouter 2 g de chlorure d'étain(II) (5.3), puis 50 ml d'eau. Agiter le ballon jusqu'à imprégnation complète du tabac. Immédiatement après, relier le ballon au réfrigérant (B) qui est lui-même en communication avec un premier flacon laveur (E) contenant 20 ml d'acide sulfurique (5.1) et un second flacon laveur (F) contenant 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2). Mettre en position le réservoir (C) et le tube d'admission (D). S'assurer qu'il n'y a pas de fuite.

Régler l'arrivée d'azote à un débit de 50 ml/min, puis raccorder ce courant d'azote à l'appareil au moyen d'un robinet à trois voies et du tube d'admission (D).

Chauffer le ballon entre 30 et 40 °C et l'y maintenir comme décrit pendant au moins 10 min pour s'assurer que tout le tabac est imprégné de chlorure d'étain(II) et que tout l'oxygène est éliminé du circuit. Le réfrigérant (B) doit être bien refroidi afin d'éviter que de l'eau passe dans l'acide sulfurique du premier flacon laveur (E).

Mettre 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.4) dans le réservoir (C). Pour empêcher tout reflux, tourner le robinet à trois voies de manière que l'approvisionnement d'azote soit en communication avec le réservoir ainsi qu'avec le ballon par le tube d'admission, puis ajouter lentement la solution d'acide chlorhydrique dans le ballon. Quand toute la solution d'acide chlorhydrique a été versée dans le ballon, tourner le robinet de manière que le flux d'azote de 50 ml/min passe en totalité à travers le tube d'admission. Porter le contenu du ballon à ébullition et le maintenir à ébullition douce durant 30 min.

**8.3.2** À la fin de la période de 30 min, couper le chauffage, déconnecter les flacons laveurs et fermer l'arrivée d'azote. Transférer le contenu du deuxième flacon laveur (F), contenant la solution d'hydroxyde de potassium, dans une fiole jaugée de 50 ml. Laver l'intérieur du flacon laveur et le tube de distribution à l'eau, ajouter l'eau de lavage dans la fiole jaugée. Diluer au trait repère avec de l'eau, bien mélanger et laisser reposer pendant 15 min.

**8.4 Mesurage spectrométrique**

Remplir une cuve de silice de 10 mm avec la solution obtenue comme spécifié en 8.3.2.

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à l'aide du spectromètre (6.3) aux longueurs d'ondes de 272, 302 et 332 nm, en employant comme solution de référence un mélange de 25 ml de solution d'hydroxyde de potassium (5.2) diluée à 50 ml avec de l'eau. L'absorbance mesurée à 302 nm ne doit être ni supérieure à 0,800 ni inférieure à 0,100. Si l'absorbance est supérieure à 0,800, une dilution ultérieure ou une quantité plus petite de tabac doit être utilisée. Si l'absorbance est inférieure à 0,100, une cuve de silice d'épaisseur plus grande doit être utilisée.

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

$$A_{corr} = A_{302} - \frac{A_{272} + A_{332}}{2}$$

où  $A_{272}$ ,  $A_{302}$  et  $A_{332}$  sont les absorbances de la solution d'essai à 272, 302 et 332 nm respectivement.

Répéter la détermination sur la deuxième prise d'essai.

**8.5 Courbe d'étalonnage**

Prendre séparément des parties aliquotes de la solution étalon de diéthylthiocarbamate de sodium (5.5) de 4, 6, 8, 10, 12 et 16 ml correspondant à des quantités comprises entre 40 et 160 µg de bisulfure de carbone et les traiter comme spécifié en 8.3, en substituant ces parties aliquotes à la prise d'essai.

Mesurer, comme spécifié en 8.4, l'absorbance des solutions étalons d'essai ainsi préparées. Tracer une courbe d'étalonnage des valeurs d'absorbance corrigées en fonction des masses correspondantes de bisulfure de carbone. La courbe d'étalonnage est très reproductible, aussi n'est-il pas nécessaire de préparer chaque jour une courbe complète. Un simple point de contrôle suffit normalement.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Mode de calcul et formules

9.1.1 Lire sur la courbe d'étalonnage la quantité de bisulfure de carbone présente dans la solution de l'échantillon pour essai.

9.1.2 La quantité de bisulfure de carbone, exprimée en milligrammes par kilogramme de tabac, est donnée par la formule

$$CS_2 = \frac{m}{m_o}$$

où

$m$  est la masse, en microgrammes, de bisulfure de carbone, dans la solution de l'échantillon pour essai, donnée par la lecture de la courbe d'étalonnage,

$m_o$  est la masse, en grammes, du tabac utilisé comme prise d'essai.

Si le résultat doit être exprimé par rapport à la matière sèche, utiliser la formule

$$CS_2 = \frac{m}{m_o} \times \frac{100}{100 - H}$$

où  $H$  est la teneur en eau contenue dans l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, et déterminée conformément à l'ISO 6488.

Une correction doit être faite pour toute dilution ultérieure (voir 8.4).

Prendre comme résultat la moyenne des deux valeurs sous réserve que les conditions de répétabilité (9.2) soient satisfaites.

### 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre, par le même analyste, ne doit pas être supérieure à 7,5 % de leur valeur moyenne.

### 9.3 Facteurs de conversion

Si nécessaire, les résultats exprimés en bisulfure de carbone peuvent également être exprimés en l'un des pesticides dithiocarbamates en les multipliant par un coefficient approprié. Les coefficients suivants ont été établis :

a) manèbe : 1,74

b) zinèbe : 1,81

c) propinèbe : 1,90

NOTE — Ces trois noms communs sont inclus dans ISO 1750 avec les noms systématiques et formules développées.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal 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 facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

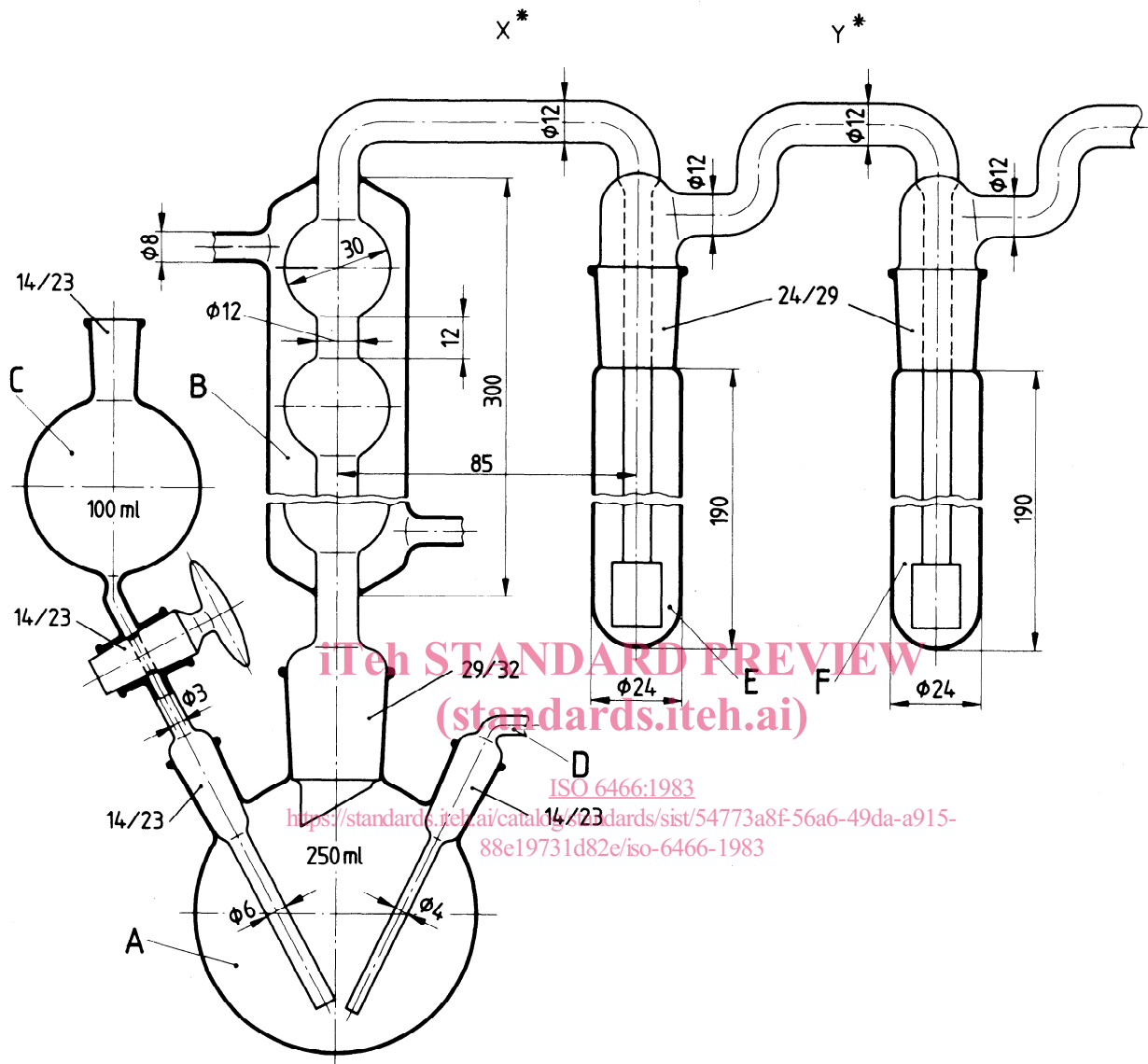


Figure — Appareil de distillation

\* Pour faciliter le rinçage de l'appareillage, on peut l'équiper de raccords aux points X et Y à condition qu'ils soient parfaitement étanches et exempts de graisse.

Page blanche

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

ISO 6466:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54773a8f-56a6-49da-a915-88e19731d82e/iso-6466-1983>

Page blanche

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

ISO 6466:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54773a8f-56a6-49da-a915-88e19731d82e/iso-6466-1983>