
Norme internationale



6488

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

Tabac — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence)

Tobacco — Determination of water content (Reference method)

Première édition — 1981-08-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6488:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43d2d9ea-611a-4fea-9f49-daecb5dcfdcd/iso-6488-1981>

CDU 663.97 : 543.812

Réf. n° : ISO 6488-1981 (F)

Descripteurs : tabac, essai, dosage, eau.

Prix basé sur 4 pages

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 6488 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| ISO 6488:1981 | | |
|-------------------------|-------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Espagne | Roumanie |
| Allemagne, R. F. | France | Sri Lanka |
| Australie | Grèce | Suède |
| Autriche | Inde | Suisse |
| Belgique | Italie | Tchécoslovaquie |
| Brésil | Pays-Bas | Turquie |
| Bulgarie | Philippines | URSS |
| Corée, Rép. de | Pologne | |
| Égypte, Rép. arabe d' | Portugal | |

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

Royaume-Uni

Tabac — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence)

0 Introduction

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale est une méthode de référence appropriée pour la détermination de l'eau dans le tabac, et est la méthode d'étalonnage des méthodes de routine (par exemple : séchage en étuve, méthodes électriques).

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en eau du tabac par distillation avec un solvant non miscible à l'eau.

La méthode s'applique au tabac brut et manufacturé, en particulier au tabac haché.

NOTE — Pour certains tabacs manufacturés, certains types d'humectants à des taux élevés peuvent donner des résultats divergents.

2 Références

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées.*¹⁾

ISO 4797, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons à col muni d'un assemblage conique rodé.*

ISO 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants.*

3 Principe

Entraînement de l'eau d'une prise d'essai par ébullition dans un solvant non miscible à l'eau, puis séparation de l'eau entraînée. Mesurage du volume d'eau au moyen d'un tube gradué et calcul du pourcentage en masse de l'eau contenue dans la prise d'essai.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Cyclohexane.

NOTES

1 La solubilité de l'eau dans le cyclohexane n'étant que de 70 µl/l, elle peut être considérée comme sans effet significatif sur le résultat de la détermination.

2 Le cyclohexane étant dangereux, des précautions appropriées doivent être prises lors de son emploi.

4.2 Gel de silice, avec indicateur de teneur en eau (gel bleu).

4.3 Agent mouillant, anhydre, solide ou liquide.

NOTE — Un alkylarylsulfonate de sodium en tant qu'agent mouillant liquide est recommandé. Un alcool laurlique polyéthoxylé en tant qu'agent mouillant solide est recommandé.

5 Appareillage

5.1 Balance, capable de peser 500 g à 0,01 g près.

5.2 Appareil de distillation, comprenant les éléments suivants.

NOTE — Un appareil approprié est représenté à la figure 1.

5.2.1 Ballon à fond rond, de capacité 1 000 ml, conforme à l'ISO 4797.

5.2.2 Ballon à fond rond, de capacité 50 et 100 ml, conforme à l'ISO 4797.

NOTE — Le ballon (5.2.2) est nécessaire pour obturer l'appareillage lorsqu'il n'est pas utilisé.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 835.)

5.2.3 Pièce combinant une tubulure de distillation avec un tube de recette, d'une capacité de 12 ml, gradué en 0,1 ml.

NOTE — Vérifier l'étalonnage de l'ensemble tubulaire par une méthode normalisée à l'aide de pipettes à un trait conformes à l'ISO 648 et/ou pipettes graduées conformes à l'ISO 835.

5.2.4 Réfrigérant ascendant de Liebig-West, à enveloppe de refroidissement étroite, d'une longueur de 250 mm, conforme à l'ISO 4799.

5.2.5 Tube de protection, rempli de gel de silice bleu (4.2), destiné à éviter l'entrée de l'humidité ambiante dans l'appareillage.

NOTE — Le gel de silice, avant qu'il ne vire au rose, doit être séché à une température comprise entre 100 et 120°C.

Avant l'assemblage de l'appareillage, les rodages doivent être graissés légèrement avec une graisse minérale ou siliconée.

5.3 Dispositif de chauffage

Utiliser de préférence un dispositif de chauffage électrique anti-déflagrant.

5.4 Local d'essai

Étant donné la nature du solvant utilisé, un local d'essai muni d'équipements électriques anti-déflagrants est recommandé.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de la verrerie

Nettoyer soigneusement toute la verrerie à l'aide d'un mélange d'acides sulfurique et chromique, ou d'un détergent approprié, afin d'éviter l'adhérence de gouttelettes d'eau sur les parois internes de la verrerie. Répéter ce nettoyage toutes les fois qu'il est difficile d'enlever les gouttelettes d'eau des parois internes. Après nettoyage, rincer la verrerie à l'éthanol, puis la sécher.

6.2 Constitution de l'échantillon pour essai, précautions à prendre lors de sa préparation, ainsi que lors de celle des prises d'essai

L'échantillon pour essai doit être constitué de tabac manufacturé ou de fragments de feuilles dont la surface doit être inférieure à 1 cm². Dans le cas de cigarettes, n'utiliser que le tabac (après avoir retiré le papier, les filtres, etc.).

Prendre toutes précautions nécessaires pour que la teneur en eau de l'échantillon pour essai ne change pas pendant toute la préparation, ainsi que lors du pesage de la prise d'essai.

6.3 Détermination

6.3.1 Préparation et pesage des prises d'essai

Peser des prises d'essai de 50 g à 0,01 g près à partir de l'échantillon pour essai.

Si la teneur en eau présumée est supérieure à 24 % (m/m), réduire la taille de la prise d'essai de façon que le volume gradué du tube de recette (5.2.3) soit suffisant pour contenir le volume d'eau qui sera extrait.

NOTE — Il est commode de peser le tabac directement dans le ballon à distiller en posant le ballon sur une balance et en tenant compte de la tare du ballon. Il n'y a pas d'objection à peser dans une série de ballons, une série de prises d'essai l'une après l'autre. Dès la pesée terminée, boucher hermétiquement chaque ballon.

6.3.2 Distillation

Verser 350 ml de cyclohexane (4.1) dans le ballon contenant la prise d'essai (6.3.1). Le cyclohexane (4.1) peut être ajouté soit juste après le pesage de la prise d'essai, soit à un moment quelconque ultérieur, sous réserve que le ballon soit immédiatement rebouché et conservé en l'état jusqu'à la distillation.

Assembler l'appareillage (5.2). Commencer la distillation et régler la puissance du chauffage de manière que la vitesse de distillation soit de 30 ± 5 ml/min. Le refroidissement doit être suffisant pour que la condensation se produise au niveau du tiers inférieur du réfrigérant (5.2.4).

Poursuivre la distillation pendant 180 min, temps compté à partir du moment où l'on constate la première coulée de solvant. Lorsque ce temps est écoulé, procéder comme suit :

Incliner légèrement l'appareil et couper la circulation d'eau froide du réfrigérant deux fois pendant quelques instants, afin de faciliter la collecte des gouttelettes d'eau restant dans le réfrigérant.

Dans ce laps de temps, continuer à chauffer de telle manière que la zone de condensation progresse vers le haut et que les gouttes d'eau qui se trouvent dans la partie haute du réfrigérant soient entraînées vers le bas. Arrêter la distillation en écartant l'appareillage du dispositif de chauffage. Le laisser ensuite refroidir jusqu'à température ambiante.

Enlever le tube de protection (5.2.5) contenant le gel de silice (4.2). Introduire un fil torsadé préalablement enduit d'une mince pellicule d'agent mouillant (4.3) dans le réfrigérant au niveau de la zone de condensation. Transférer les gouttelettes d'eau restant dans le tube gradué en les entraînant vers le bas à trois ou quatre reprises, avec 10 ml de cyclohexane (4.1).

6.3.3 Détermination de la teneur en eau

Refroidir rapidement le tube gradué jusqu'à température ambiante. À l'aide d'un fil torsadé, incorporer à la phase aqueuse les gouttelettes d'eau adhérant aux parois internes de la partie du tube contenant le solvant.

Si nécessaire, ajouter une petite quantité d'agent mouillant sur le fil torsadé.

6.3.4 Nombre de déterminations

Pour une analyse complète, effectuer, dans des conditions identiques, au moins deux déterminations séparées.

7 Expression des résultats

7.1 Lectures

Lire le volume d'eau recueilli dans le tube gradué à 0,05 ml près.

Soustraire de cette valeur 0,05 ml, du fait de l'aplatissement du ménisque causé par l'addition de l'agent mouillant. On désigne par V cette valeur du volume corrigé.

7.2 Calcul

La teneur en eau, H , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$H = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

où

m_1 est la masse, exprimée en grammes, du volume V de l'eau recueillie dans le tube gradué;

m_2 est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai.

NOTE — Dans les conditions prévues par la présente Norme internationale, la masse m_1 , exprimée en grammes, a la même valeur numérique que le volume V , exprimé en millilitres.

Lorsque la masse $m_2 = 50 \pm 0,01$ g, la teneur en eau $H = 2 V$.

Tous les résultats individuels doivent être exprimés à 0,1 % près, et donnés avec une décimale.

7.3 Répétabilité et reproductibilité

7.3.1 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées successivement sur deux prises d'essai aussi identiques que possible, par le même opérateur, utilisant le même équipement, dans le même laboratoire, ne doit pas être supérieure à 0,2 % (m/m) d'eau.

7.3.2 Reproductibilité

Il est difficile de donner avec précision la reproductibilité de la méthode. Néanmoins, l'expérience montre qu'une différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées par différents opérateurs dans différents laboratoires, sur des prises d'essai aussi identiques que possible, de l'ordre de 0,35 % (m/m) (ou moins) d'eau est acceptable.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit également 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 donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Dimensions en millimètres
et capacité en millilitres

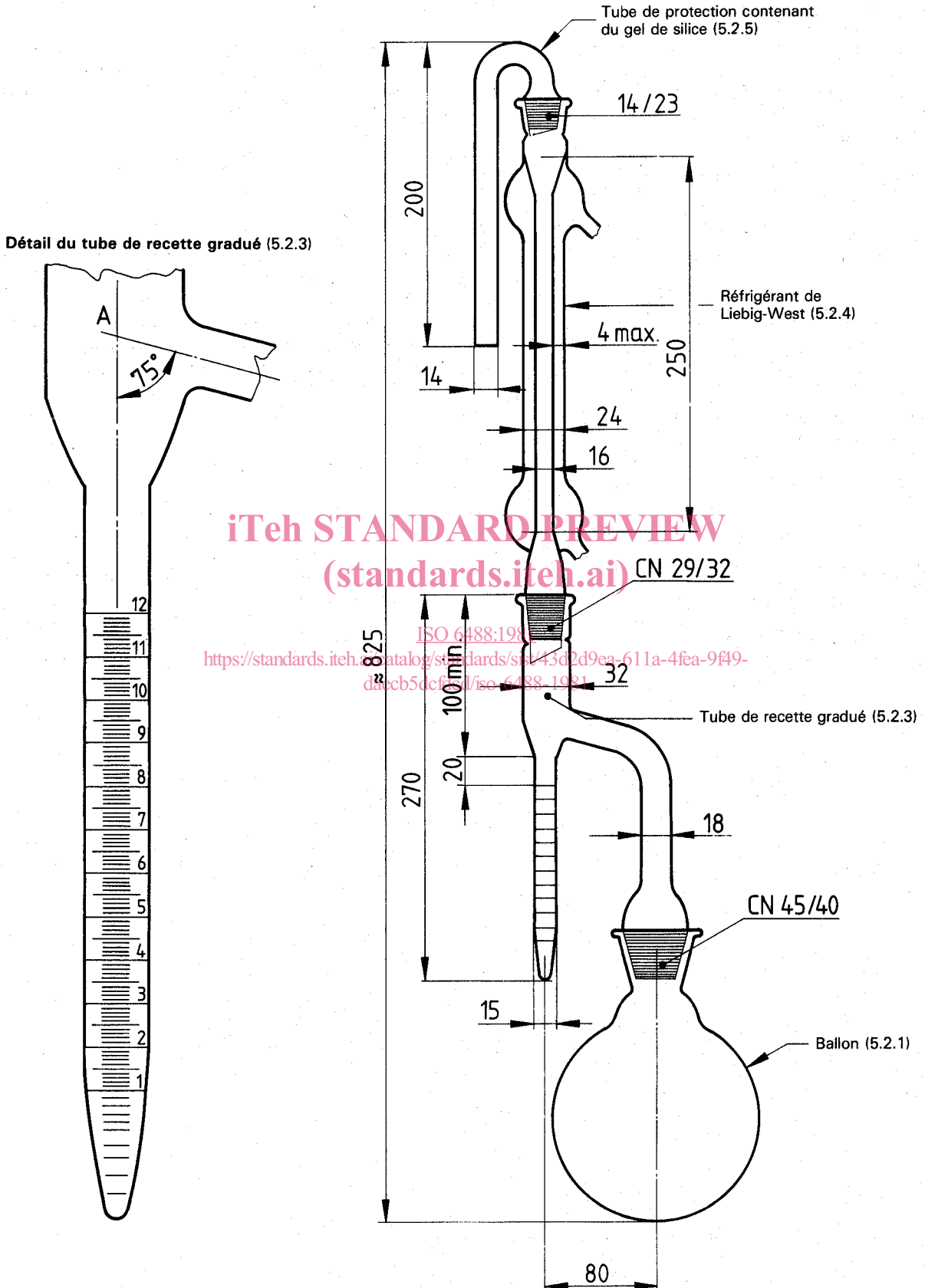


Figure — Exemple d'un appareil de distillation approprié (5.2)