NORME INTERNATIONALE

ISO 6488-1

Première édition
1997-12-15

Tabac — Détermination de la teneur en eau —

Partie 1:
Méthode de Karl Fischer

Tobacco — Determination of water content —
Part 1: Karl Fischer method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872505-8820-4185-bbf9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6488-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, sous-comité SC 2, *Tabac en feuilles*.

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3387251f-8820-4185-bbf9-4c0ae45bc5f/iso-6488-1-1997

L'ISO 6488 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Tabac — Détermination de la teneur en eau*:

— *Partie 1: Méthode de Karl Fischer*

— *Partie 2: Méthode par entraînement azéotropique*

La partie 2 (à publier) constituera une révision de l'ISO 6488:1981.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Tabac — Détermination de la teneur en eau —

Partie 1:
Méthode de Karl Fischer

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6488 spécifie une méthode de étermination de la teneur en eau par la méthode de Karl Fischer, dans le tabac non saucé sous toutes ses formes.

2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision, et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872303-8820-4183-bb9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 3696:1987*, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4874:1981, *Tabac — Echantillonnage des lots de matières premières — Principes généraux.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6488, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1
teneur en eau du tabac
proportion d'eau extraite de l'échantillon au moyen de méthanol déshydraté selon le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 6488

3.2
tabac non saucé
tabac qui n'a reçu l'ajout d'aucun agent d'aromatisation ou agent hydroscopique, etc.

4 Principe

Extraction de l'eau en agitant l'échantillon avec du méthanol déshydraté. Introduction d'une partie aliquote dans le vase à réaction. Titrage avec le réactif de Karl Fischer exempt de pyridine et calcul de la teneur en eau.

5 Réactifs

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

5.1 Réactif de Karl Fischer, exempt de pyridine, d'équivalent en eau d'environ 2 mg à 5 mg par millilitre de réactif.

5.2 Méthanol, ayant une teneur en eau inférieure à 0,05 g par 100 g.

5.3 Agent déshydratant, tel que le gel de silice, récemment activé.

5.4 Eau, conforme au grade 2 de l'ISO 3696.

6 Appareillage

Toute la verrerie utilisée pour la préparation et pour la détermination de la teneur en eau doit être préalablement chauffée à (105 ± 5) °C pendant au moins 1 h après l'évaporation de toute trace d'eau visible; la laisser refroidir et l'entreposer dans un dessiccateur garni d'un déshydratant (5.3) jusqu'à utilisation.

6.1 Appareil de Karl Fischer pour titrage automatique, comprenant les éléments 6.1.1 à 6.1.5.

6.1.1 Appareil pour la détection du point d'équivalence de la réaction, selon la méthode biampérométrique.

6.1.2 Double électrode, en platine.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.3 Agitateur magnétique.

6.1.4 Vase à réaction.

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85872505-6820-4185-bbf9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

6.1.5 Burettes automatiques, pour le méthanol et le réactif de Karl Fischer.

6.2 Secoueur mécanique, réglable à une fréquence de secousses de 155 min^{-1}.

6.3 Microseringue, pour la détermination de l'équivalent en eau, d'une capacité de 50 µl.

6.4 Pipettes à un trait, de 10 ml et de 20 ml de capacité, conformes à l'ISO 648, classe A.

6.5 Fioles coniques, avec bouchon conique en verre rodé, de 250 ml et de 500 ml de capacité.

6.6 Étuve à air chaud, réglable à une température de (105 ± 5) °C.

7 Étalonnage du réactif de Karl Fischer

Verser dans le vase à réaction (6.1.4) une quantité de méthanol (5.2) telle que les extrémités de la double électrode en platine soient complètement immergées. Titrer toute solution résiduelle (voir la note) dans le vase à réaction de Karl Fischer jusqu'au point d'équivalence par ajout de réactif de Karl Fischer (5.1).

Ajouter 50 ml d'eau dans le vase à réaction en utilisant la microseringue (6.3). Pour s'assurer que la seringue ne contient pas de bulles d'air, la remplir au-delà du trait des 50 µl, la renverser, et taper de façon à faire remonter les bulles vers l'extrémité. Appuyer ensuite sur le piston pour l'amener au trait des 50 µl, et retirer rapidement l'excès d'eau de l'aiguille à l'aide d'un papier absorbant. Une solution alternative consiste à remplir la seringue jusqu'au repère des 50 µl, et à peser la seringue. Après le dosage, peser à nouveau la seringue, et noter la masse exacte de l'eau.

Transférer les 50 µl d'eau dans le vase à réaction en prenant soin d'injecter l'eau directement dans la solution, et en n'en laissant tomber ni sur le col, ni sur la paroi du vase. Lorsque le vase peut être équipé d'un capuchon en

caoutchouc, celui-ci devra être utilisé, et l'aiguille devra être introduite à travers le capuchon. Si une goutte subsiste à l'extrémité de l'aiguille, l'enlever par contact avec la surface de la solution dans le vase.

Titrer avec le réactif de Karl Fischer (5.1) et enregistrer la valeur du titrage. Répéter l'opération. Si la différence entre les valeurs des deux déterminations est inférieure à 0,03 ml, faire la moyenne des deux déterminations. Dans le cas contraire, répéter l'ensemble du processus.

Étalonner le réactif de Karl Fischer chaque jour de travail.

Afin d'obtenir les meilleurs résultats possibles avec cette méthode de Karl Fischer, il est important de s'assurer que toutes les étapes de l'analyse sont réalisées de la même façon, extrait par extrait, échantillon par échantillon, jour après jour.

NOTE — Il est courant, en pratique, avec la méthode de titrage direct, de réaliser le titrage sur la solution surnageante dans le vase de titrage, c'est-à-dire sans enlever la solution résiduelle. Lorsque le volume dans le récipient atteint un certain niveau, on laisse le liquide s'échapper en retenant un volume juste suffisant pour que les extrémités des électrodes soient immergées. Avec le temps, cependant, la concentration en méthanol dans le vase baisse jusqu'à un niveau tel que la réaction ne peut se réaliser de façon satisfaisante. Un précipitat peut se former et fausser les valeurs de titrage obtenues. On ne peut se fier qu'à l'expérience pour dire quand la solution résiduelle surnageante a atteint ce point et que le vase de titrage doit être complètement vidé, rincé et rechargé avec du méthanol.

Calculer l'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer selon l'équation suivante:

$$E = \frac{m_W}{V_W}$$

où

E est l'équivalent en eau, en milligrammes d'eau par millilitre de réactif;

m_W est la masse, en milligrammes, du volume d'eau utilisé pour l'étalonnage du réactif de Karl Fischer;

V_W est le volume moyen, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage de l'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872505-8820-4185-bbf9-
1ccc2ec0b0f2/iso-6488-1-1997

Répéter la détermination de l'équivalent en eau du réactif Karl Fischer chaque jour et sur chaque nouveau lot de réactif.

8 Mode opératoire

8.1 Échantillonnage

Réaliser l'échantillonnage conformément à l'ISO 4874.

8.2 Prise d'essai

8.2.1 À partir de l'échantillon préparé selon 8.1, prélever une prise d'essai d'environ 5 g, pesée à 0,001 g près, et la placer dans une des fioles coniques (6.5). Ajouter 250 ml de méthanol et boucher la fiole immédiatement. Secouer sur l'agitateur mécanique (6.2) pendant 30 min, avec une fréquence de secousses de 155 min^{-1}.

8.2.2 Si l'on ne dispose pas d'un échantillon de taille suffisante, la détermination peut également être effectuée sur une prise d'essai réduite. La prise d'essai minimale est de 0,5 g. Dans ce cas, utiliser une fiole conique de 250 ml et ajouter 100 ml de méthanol.

8.2.3 Pour la détermination de la teneur en eau des côtes et des feuilles de tabac, une durée d'extraction de 30 min n'est pas suffisante. Dans ce cas, extraire l'échantillon dans une fiole conique de 500 ml avec 250 ml d'éthanol pendant au moins 24 h. Dans certains cas spéciaux, une durée d'extraction supérieure peut être nécessaire. Dans ce cas, extraire l'échantillon jusqu'à l'obtention de résultats de titrage constants, c'est-à-dire lorsque la différence entre les deux titrages réalisés à des temps différents est inférieure ou égale à 0,3 g par 100 g.

8.3 Préparation de l'appareil de titrage

Préparer l'appareil de titrage en suivant les instructions du fabricant. Introduire dans le vase à réaction (6.1.4) une quantité de méthanol (5.2) telle que les extrémités de la double électrode en platine soient complètement immergées lors de l'agitation. Titrer le contenu du vase à réaction par ajout de réactif de Karl Fischer jusqu'au point d'équivalence.

8.4 Essai à blanc

Introduire 250 ml de méthanol (5.2) dans une fiole conique de 500 ml (6.5). Prélever à partir de la fiole conique une partie aliquote de 20 ml de méthanol à l'aide de la pipette à un trait (6.4) et la transférer dans le vase de titrage (6.1). Titrer avec le réactif de Karl Fischer et enregistrer la valeur. Répéter l'essai à blanc. Si la différence entre les deux valeurs est inférieure ou égale à 0,05 ml, calculer la valeur moyenne. Sinon, répéter l'ensemble de la détermination.

La valeur du blanc, B, est donnée par l'équation

$$B = \frac{V_b}{V_m}$$

où

V_b est le volume moyen, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour l'essai à blanc;

V_m est la partie aliquote de méthanol, en millilitres.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.5 Détermination

Transférer 10 ml de l'extrait méthanolique dans le vase à réaction et réaliser le titrage. Après la fin du titrage, retirer la solution titrée et rincer le vase à réaction avec du méthanol. Répéter la détermination. Calculer la teneur en eau. Si la différence entre les deux calculs est inférieure ou égale à 0,3 g par 100 g, calculer la valeur moyenne. Sinon, répéter l'ensemble de la détermination.

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872505-8820-4185-bbf9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

9 Expression des résultats

La teneur en eau du tabac, w_T, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_T = \frac{\left[V_t - \left(B \times V_a\right)\right] \times E \times V \times 100}{m \times V_a}$$

où

V_t est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage de l'extrait de l'échantillon;

B est la valeur du blanc (8.4);

V_a est la partie aliquote, en millilitres, de l'extrait titré de l'échantillon;

E est l'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, en milligrammes d'eau par millilitre (article 7);

V est le volume total, en millilitres, de l'extrait préparé d'échantillon;

m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai.

Exprimer le résultat à 0,1 % près.

10 Répétabilité et reproductibilité

Un essai interlaboratoires a été réalisé sur le plan international pour déterminer les valeurs de répétabilité (r) et de reproductibilité (R) de cette méthode. Quinze laboratoires ont pris part à cet essai. Deux lots de tabac ayant des teneurs en eau différentes ont été adressés aux participants. Chaque lot contenait 5 boîtes, et les déterminations ont été réalisées à partir de chacune des boîtes dans les conditions de répétabilité. La détermination des valeurs de répétabilité et de reproductibilité de la méthode Karl Fischer a été effectuée selon l'ISO 5725-2[1)].

L'analyse des données a donné les valeurs estimées présentées dans le tableau 1.

Tableau 1

Valeur moyenne de la teneur en eau (pour les 15 laboratoires)	**Valeur de la répétabilité** r	**Valeur de la reproductibilité** R
13,52	0,37	0,87
16,36	0,46	1,33

Les valeurs données dans le tableau 1 doivent être considérées comme les limites supérieures telles qu'elles ont été calculées sur la base des 15 laboratoires.

11 Rapport d'essai

Le rapport 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 partie de l'ISO 6488, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats. Le rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872505-8820-4185-bbf9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

1) ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2 : Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

© ISO

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6488-1:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83872505-8820-4185-bbf9-4c04ac45bc5f/iso-6488-1-1997

ICS 65.160

Descripteurs: tabac, essai, dosage, eau, méthode de Karl Fischer.

Prix basé sur 5 pages