
**Tabac et produits du tabac —
Détermination des résidus silicatés
insolubles dans l'acide chlorhydrique**

*Tobacco and tobacco products — Determination of silicated residues
insoluble in hydrochloric acid*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2817:1999

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-
b69a1ee5af1f/iso-2817-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5af1f/iso-2817-1999)



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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

La Norme internationale ISO 2817 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, sous-comité SC 1, *Essais physiques et dimensionnels*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2817:1974), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2817:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5a1f/iso-2817-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5a1f/iso-2817-1999>

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Tabac et produits du tabac — Détermination des résidus silicatés insolubles dans l'acide chlorhydrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination du pourcentage de résidus silicatés insolubles dans l'acide chlorhydrique, en particulier des particules de sable, présents dans le tabac (tabac en feuilles entières ou battues, ou tabac haché), et dans les produits du tabac.

Il est principalement utile de connaître la proportion de ces résidus, dans les circonstances suivantes:

- lors des achats de tabac en feuilles, pour vérifier la propreté des lots;
- avant la mise en œuvre du tabac lors des fabrications.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

ISO 6488-1, *Tabac — Détermination de la teneur en eau — Partie 1: Méthode de Karl Fischer.*

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1 résidus silicatés insolubles dans l'acide chlorhydrique

matière résiduelle du tabac en feuilles entières ou battues ou du tabac haché, obtenue après incinération suivie de l'extraction des matières solubles dans l'acide chlorhydrique, dans les conditions décrites dans la présente Norme internationale

4 Principe

Incinération de la prise d'essai à la température de $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$, lavage des cendres à l'acide chlorhydrique, nouvelle incinération à $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$, puis pesée du résidu.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

5.1 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol l}^{-1}$.

6 Appareillage

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

6.1 Four à moufle, bien ventilé, réglable à $350 \text{ °C} \pm 50 \text{ °C}$ et à $650 \text{ °C} \pm 50 \text{ °C}$.

6.2 Capsule à fond plat, évasée, en porcelaine ou en platine, de capacité et de dimensions appropriées au volume de la prise d'essai. Généralement, des capsules de 50 mm à 70 mm de diamètre et 30 mm de hauteur conviennent.

6.3 Tamis, de 2 mm d'ouverture de maille, conforme à l'ISO 565.

6.4 Papier-filtre renforcé à filtration rapide, sans cendres.¹⁾

6.5 Balance analytique, ayant une résolution de 0,000 1 g.

6.6 Mixer.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit avoir été effectué selon l'ISO 4874:2817:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805->

La quantité d'échantillon pour laboratoire doit être suffisante pour assurer une bonne représentativité du lot.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Si nécessaire, sécher l'échantillon pour permettre le broyage. La teneur en eau maximale doit être de 12 %.

Broyer l'échantillon pour laboratoire jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon passe au travers du tamis (6.3).

Homogénéiser soigneusement l'échantillon broyé, de préférence par des moyens mécaniques.

Si l'échantillon n'est pas analysé dans les 4 jours qui suivent sa préparation, le conserver à une température comprise entre 0 °C et 5 °C dans un récipient étanche à large ouverture et de capacité telle que l'échantillon puisse y être mélangé par retournement au moins deux fois avant de prélever l'échantillon pour essai.

9 Détermination de la teneur en eau

À partir de l'échantillon pour essai préparé conformément à l'article 8, prélever une prise d'essai et déterminer la teneur en eau selon la méthode décrite dans l'ISO 6488-1.

Exprimer la fraction massique d'humidité (teneur en eau), w_1 , de l'échantillon, en pourcentage.

1) Des expériences ont montré que le papier-filtre Whatman n° 540 convient.

Le papier-filtre Whatman n° 540 est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Whatman. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

10 Mode opératoire

10.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, la capsule (6.2) propre et préalablement séchée à $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$. Prélever environ 10 g de l'échantillon préparé (article 8), et les répartir de façon uniforme sur le fond de la capsule.

Peser la capsule et la prise d'essai à 0,001 g près.

Par soustraction, on calcule ainsi la masse, m_1 , de la prise d'essai.

10.2 Détermination

Placer la capsule contenant la prise d'essai (10.1) dans le four à moufle (6.1), et chauffer à une température de $350\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ jusqu'à carbonisation de l'échantillon et absence de fumée.

Monter ensuite la température du four jusqu'à $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ et maintenir cette température pendant 30 min environ. Laisser refroidir la capsule à $350\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$, puis la retirer du four. Après refroidissement jusqu'à la température ambiante, ajouter lentement 40 ml d'acide chlorhydrique (5.1) en le faisant couler le long des parois de la capsule.

AVERTISSEMENT: Ajouter les premiers millilitres avec précaution pour éviter une forte effervescence.

Remuer doucement, de temps en temps, à l'aide d'une baguette agitateur en verre, pendant 10 min environ. Filtrer le contenu de la capsule sur un papier-filtre (6.4). Recueillir la totalité du résidu sur le filtre. Utiliser un agitateur en verre avec embout en caoutchouc pour enlever toutes les particules de résidu pouvant encore adhérer aux parois de la capsule. Rincer la capsule avec environ 25 ml d'eau et filtrer. Laver ensuite soigneusement le résidu sur le papier-filtre plusieurs fois avec environ 25 ml d'eau, jusqu'à l'obtention d'un pH neutre.

Placer le papier-filtre contenant le résidu dans la capsule (6.2) et transférer la capsule dans le four à moufle (6.1) dont la température initiale doit être inférieure à 200 °C . Chauffer jusqu'à $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ et maintenir la température pendant 30 min. Laisser refroidir jusqu'à $350\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$. Retirer la capsule du four et la transférer dans un dessiccateur contenant du gel de silice séché, et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Peser ensuite la capsule avec le résidu, à 0,001 g près.

Calculer la masse, m_2 , du résidu.

11 Expression des résultats

La fraction massique des résidus silicatés insolubles dans l'acide chlorhydrique, w , exprimée en pourcentage, est obtenue par l'équation:

$$w = \frac{m_2}{m_1 \left(1 - \frac{w_1}{100}\right)} \times 100\%$$

où

w_1 est la fraction massique d'humidité (teneur en eau), telle que déterminée selon l'article 9, exprimée en pourcentage de la prise d'essai;

m_1 est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, exprimée en grammes, du résidu.

12 Fidélité

12.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

12.2 Répétabilité (r)

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera les valeurs indiquées ci-après que dans 5 % des cas au plus.

Niveau 0 %:	$r = 0,12$
Niveau 5 %:	$r = 0,35$
Niveau 10 %:	$r = 0,47$

12.3 Reproductibilité (R)

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera les valeurs indiquées ci-après que dans 5 % des cas au plus.

Niveau 0 %:	$R = 0,12$
Niveau 5 %:	$R = 0,83$
Niveau 10 %:	$R = 1,73$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5af1f/iso-2817-1999>

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale (notamment la température d'incinération si celle-ci est différente de $650\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$), ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur tout incident susceptible d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s); ou,
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Annexe A (informative)

Essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires avec la participation de 12 laboratoires et portant sur 4 échantillons et 5 répétitions, a été organisé en 1996 par l'ISO/TC 126/SC 1. Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-2 [1] pour donner les valeurs de fidélité indiquées dans le Tableau A.1.

Tableau A.1 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoires
(incinération à la température de 650 °C ± 50 °C)

	Proportion de silice ajoutée au tabac		
	0 %	5 %	10 %
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	7	9	10
Valeur moyenne de la teneur en résidus silicatés, %, sur sec	0,51	5,56	10,33
Écart-type de répétabilité, s_r	0,04	0,12	0,17
Coefficient de variation de répétabilité, %	8,21	2,22	1,61
Limite de répétabilité, $r(2,8 s_r)$	0,12	0,35	0,47
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,04	0,29	0,61
Coefficient de variation de reproductibilité, %	8,21	5,30	5,92
Limite de répétabilité, $R(2,8 s_R)$	0,12	0,83	1,73
NOTE Les résultats présentés ci-dessus ont été obtenus avec la température d'incinération de 650 °C ± 50 °C, qui est celle préconisée dans la présente Norme internationale. Cependant, des essais interlaboratoires comparatifs ont permis de constater que les résultats obtenus à la température d'incinération de 850 °C ± 50 °C n'étaient pas statistiquement différents au niveau de probabilité de 95 %.			

Bibliographie

- [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.*
- [2] ISO/CEI Guide 25:1990, *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2817:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5af1f/iso-2817-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5af1f/iso-2817-1999>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2817:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d205e8ec-dd9e-49f6-9805-b69a1ee5af1f/iso-2817-1999>