
**Tabac — Détermination de la teneur en
nitrates — Méthode par analyse en flux
continu**

*Tobacco — Determination of nitrate content — Continuous-flow analysis
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15517:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-
be073d06df18/iso-15517-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003)



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15517:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15517 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, sous-comité SC 2, *Tabacs en feuilles*.

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15517:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003>

Tabac — Détermination de la teneur en nitrates — Méthode par analyse en flux continu

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en nitrates dans le tabac, par analyse en flux continu.

La présente méthode est applicable aux tabacs bruts et aux tabacs manufacturés.

2 Principe

Un extrait aqueux (voir ci-dessous) de tabac est préparé et la teneur en nitrates contenue dans l'extrait est déterminée par réduction des nitrates en nitrites par du sulfate d'hydrazine en présence d'un catalyseur au cuivre, suivie d'une réaction avec de la sulfanilamide pour former le composé diazoïque. Celui-ci est associé à du *N*-naphthyl-1 éthylènediamine dichlorhydrate pour former un complexe coloré, mesuré à 520 nm. Les nitrites éventuellement présents seront également mesurés et ajoutés au résultat des nitrates.

Des essais interlaboratoires ont montré que cette méthode donne des résultats équivalents pour l'extraction à l'eau et à l'acide acétique à 5 %. Il est recommandé d'utiliser des extraits à l'acide acétique à 5 % dans le cas d'analyses simultanées des nitrates, des substances réductrices (voir l'ISO 15153) ou des hydrates de carbone réducteurs (voir l'ISO 15154).

3 Réactifs

Tous les réactifs doivent être utilisés selon les bonnes pratiques de laboratoire et les réglementations nationales en vigueur. Utiliser de l'eau distillée ou d'une pureté au moins équivalente.

3.1 Éther laurique de polyoxyéthylène (solution de Brij 35)

Ajouter 1 litre d'eau à 250 g de solution de Brij 35. Chauffer et agiter jusqu'à dissolution.

3.2 Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), de qualité pour analyse

Dissoudre 8,0 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée. Ajouter 1 ml de solution de Brij 35 (3.1) et compléter à 1 litre.

3.3 Solution mère de sulfate de cuivre (CuSO₄), de qualité pour analyse

Dissoudre 1,20 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté dans de l'eau distillée et compléter à 100 ml.

3.4 Réactif au sulfate d'hydrazine/sulfate de cuivre

Dissoudre la quantité optimale de sulfate d'hydrazine (N₂H₆SO₄, de qualité pour analyse) dans de l'eau. Ajouter 1,5 ml de solution mère de sulfate de cuivre (3.3) et compléter à 1 litre avec de l'eau. Conserver dans un flacon en verre ambré. Préparer une solution fraîche tous les mois.

3.5 Réactif à la sulfanilamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)

Ajouter 25 ml d'acide orthophosphorique concentré (H_3PO_4 , 85 % en fraction volumique, faible teneur en nitrates) à environ 175 ml d'eau. Dissoudre 2,5 g de sulfanilamide dans la solution, puis ajouter 0,125 g de *N*-naphthyl-1 éthylènediamine dichlorhydrate ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$).

Compléter à 250 ml avec de l'eau et filtrer à l'aide d'un papier-filtre Whatman n° 40¹⁾ (ou l'équivalent). Conserver dans un flacon en verre ambré. Préparer une solution fraîche tous les deux jours.

3.6 Nitrate de potassium (KNO_3), de qualité pour analyse

3.7 Solutions étalons de nitrates

3.7.1 Solution mère

Peser, à 0,000 1 g près, environ 3,3 g de nitrate de potassium (3.6). Dissoudre dans de l'eau dans une fiole jaugée et compléter à 1 litre. Cette solution contient environ 2 mg/ml de nitrates. Conserver au réfrigérateur. Préparer une solution fraîche tous les mois.

3.7.2 Solutions d'étalonnage

À partir de la solution mère (3.7.1), préparer une série d'au moins cinq solutions d'étalonnage dont les concentrations couvrent la gamme de concentrations présumées des échantillons à analyser (par exemple de 10 µg/ml à 200 µg/ml de nitrates). Calculer la concentration exacte pour chaque étalon. Conserver au réfrigérateur. Préparer des solutions fraîches toutes les deux semaines.

Si de l'acide acétique à 5 % doit être utilisé (5 fois) pour extraire la nicotine de l'échantillon pour essai en 5.2, les solutions d'étalonnage (3.7.2) doivent être préparées toutes les deux semaines à partir de la solution mère en utilisant de l'acide acétique à 5 % à la place de l'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15517:2003

4 Appareillage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003>

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

4.1 Analyseur à flux continu, comprenant

- un échantillonneur,
- un dialyseur,
- un bain-marie,
- des bobines de réaction,
- un colorimètre (ou l'équivalent) avec filtre(s) de 520 nm,
- un enregistreur.

Voir un exemple à l'Annexe B.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation des échantillons à analyser

Broyer les échantillons de tabac à analyser (il convient que la totalité de l'échantillon passe à travers un tamis de 1 mm d'ouverture de maille) et en déterminer le taux d'humidité. Si le tabac est trop humide pour être broyé,

1) Whatman n° 40 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. 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.

il peut être séché à une température n'excédant pas 40 °C. Éviter au maximum toute contamination par les nitrates ou les nitrites.

5.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, environ 250 mg de tabac dans une fiole conique sèche de 50 ml. À l'aide d'un distributeur, ajouter 25 ml d'eau distillée, boucher la fiole et agiter pendant 30 min.

5.3 Préparation de l'extrait pour essai

Filtrer l'extrait à travers un papier-filtre Whatman n° 40 (ou l'équivalent). Rejeter les premiers millilitres de filtrat et recueillir le reste dans le flacon de l'analyseur.

Analyser les échantillons et les étalons de façon habituelle (par exemple commencer avec six extraits de tabac, des solutions d'étalonnage et des échantillons avec une solution d'étalonnage intermédiaire tous les six échantillons). Si les concentrations des échantillons se trouvent hors de la gamme d'échantillonnage, les échantillons doivent être dilués et l'analyse doit être recommencée.

6 Calculs

6.1 Tracer la courbe représentative des hauteurs de pics en fonction des concentrations équivalentes en nitrates pour toutes les solutions d'étalonnage.

6.2 Calculer le pourcentage de nitrates dans le tabac, w , rapporté à la matière sèche, à l'aide de la formule

$$w = \frac{C \times V \times 100}{m \times 1000} \times \frac{100}{100 - M}$$

où

- C est la concentration en nitrates, exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (voir 6.1);
- V est le volume, en millilitres, de l'extrait préparé (voir 5.2) (normalement 25 ml);
- m est la masse, en milligrammes, de l'échantillon (voir 5.2);
- M est le taux d'humidité du tabac, exprimé en pourcentage en masse (voir 5.1).

Les résultats d'essai doivent être exprimés avec deux décimales.

Lors d'extractions à l'acide acétique à 5 %, les solutions étalons de nitrates (3.7) doivent être complétées avec de l'acide acétique à 5 % et le cycle de rinçage doit être réalisé avec de l'acide acétique à 5 %.

7 Répétabilité et reproductibilité

Une étude interlaboratoires organisée sur le plan international, conduite en 1993, avec la participation de 12 laboratoires et portant sur 3 échantillons, a permis d'obtenir les valeurs suivantes pour les limites de répétabilité (r) et de reproductibilité (R) lors de l'analyse de grades définis de tabac par la présente méthode.

La différence entre deux résultats individuels obtenus pour différentes extractions par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps (le temps nécessaire pour analyser 40 cupules d'échantillons) et sans réétalonner l'appareillage durant toute l'analyse n'excédera la limite de répétabilité (r) qu'en moyenne une fois au plus sur 20, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

Des résultats individuels obtenus par deux laboratoires ne différeront de la limite de reproductibilité (R) qu'en moyenne une fois au plus sur 20, lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

L'analyse des données a permis d'obtenir les estimations récapitulées dans les Tableaux 1 et 2. Pour calculer r et R , un résultat d'essai a été défini comme étant le taux obtenu en analysant un extrait donné une seule fois.

Tableau 1 — Extraction à l'eau

Type de tabac	Teneur moyenne en nitrate % (matière sèche)	Limite de répétabilité r	Limite de reproductibilité R
Tabac séché à l'air chaud	0,11	0,03	0,12
Tabac d'Orient	0,16	0,04	0,11
Tabac Burley	2,43	0,12	0,41

Tableau 2 — Extraction à l'acide acétique à 5 %

Type de tabac	Teneur moyenne en nitrate % (matière sèche)	Limite de répétabilité r	Limite de reproductibilité R
Tabac séché à l'air chaud	0,11	0,03	0,20
Tabac d'Orient	0,16	0,04	0,21
Tabac Burley	2,43	0,05	0,39

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15517:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f884e339-b09c-4da6-a879-be073d06df18/iso-15517-2003>

Annexe A (normative)

Optimisation du réactif au sulfate d'hydrazine/sulfate de cuivre

A.1 Généralités

L'optimisation du réactif au sulfate d'hydrazine/sulfate de cuivre (voir 3.4) doit être effectuée pendant l'initialisation de l'instrument. Il convient également de la réaliser à chaque fois qu'un nouveau lot de sulfate d'hydrazine est acheté.

A.2 Réactifs

A.2.1 Solution mère de nitrites

Dissoudre 0,900 g de nitrite de sodium (NaNO_2 , de qualité pour analyse) dans de l'eau distillée et compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 litre. Cette solution contient 0,6 mg/ml de nitrites.

A.2.2 Solutions d'étalonnage de nitrites

À l'aide d'une pipette, prélever une portion aliquote de 25 ml de la solution mère (A.2.1) et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml puis compléter au volume avec de l'eau distillée. Cette solution contient 150 $\mu\text{g/ml}$ de nitrites.

A.3 Optimisation du réactif au sulfate d'hydrazine

A.3.1 Diluer 0,75 ml de la solution mère de sulfate de cuivre (3.3) à 1 litre avec de l'eau distillée.

A.3.2 Dissoudre 0,5 g de sulfate d'hydrazine dans de l'eau distillée et compléter à 100 ml dans une fiole jaugée.

A.3.3 À l'aide d'une burette, doser des parties aliquotes de 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, ..., 10,0 ml de la solution de sulfate d'hydrazine (voir A.3.2) dans des fioles jaugées de 25 ml, puis compléter au volume avec de l'eau distillée. Ces solutions contiennent 0,2 g, 0,4 g, 0,6 g, ..., 2,0 g de sulfate d'hydrazine par litre.

A.3.4 Brancher le tube du réactif hydrazine/cuivre sur l'échantillonneur de l'analyseur. Relier le tube de l'eau au flacon de la solution diluée de sulfate de cuivre. Relier le tube d'échantillon au flacon de la solution d'étalonnage de nitrites (voir A.2.2).

A.3.5 Démarrer la pompe de l'analyseur et pomper tous les autres réactifs de manière normale.

A.3.6 Placer les cupules d'échantillons de solutions d'hydrazine (A.3.3) dans l'échantillonneur par ordre croissant de concentration.

A.3.7 Lorsque la réaction colorée atteint la cellule, ajuster la réponse de l'enregistreur à 90 % de l'étendue de l'échelle et démarrer l'échantillonneur.

A.3.8 Une fois que toutes les solutions d'hydrazine ont été analysées, noter la concentration qui provoque une perte de couleur due à la réduction des nitrites en azote.

A.3.9 Remplacer la solution d'étalonnage de nitrites (A.2.2) par la solution étalon de nitrates la plus élevée (voir 3.7.2). Attendre que la ligne de base du réactif soit rétablie et repasser les solutions de sulfate d'hydrazine.