
**Tabac et produits du tabac —
Détermination de la teneur en eau —
Méthode de Karl Fischer**

*Tobacco and tobacco products — Determination of water content —
Karl Fischer method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6488:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-
bd13f5745575/iso-6488-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004)



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 6488:2004](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004>

© ISO 2004

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 6488 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6488-1:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 6488:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004>

Introduction

Au cours de l'élaboration des Normes internationales correspondantes, des essais interlaboratoires ont été réalisés selon deux principes différents pour la détermination de la teneur en eau du tabac brut et du tabac prélevé dans des produits finis. Il s'agit

- de la présente méthode de Karl Fischer, et
- de la méthode par chromatographie en phase gazeuse.

Ces études ont montré qu'il ne se produit aucune différence entre les résultats obtenus selon les deux méthodes différentes. La méthode par chromatographie en phase gazeuse est décrite dans l'ISO 16632.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6488:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004>

Tabac et produits du tabac — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau par la méthode de Karl Fischer. Elle est applicable au tabac brut ainsi qu'au tabac prélevé dans des produits finis. La méthode est appropriée pour les teneurs en eau dont la fraction massique est comprise entre au moins 2 % et 55 %.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

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

ISO 8243, *Cigarettes — Échantillonnage*

ISO 10362-2, *Cigarettes — Dosage de l'eau dans les condensats de fumée — Partie 2: Méthode de Karl Fischer*

ISO 15592-1, *Tabac à rouler et objets confectionnés à partir de ce type de tabac — Méthodes d'échantillonnage, de conditionnement et d'analyse — Partie 1: Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

tabac à haute teneur en humidité

tout échantillon de tabac ayant une teneur en matières volatiles supérieure à 20 %, déterminée par séchage à une température comprise entre 100 °C et 105 °C

4 Principe

La teneur en eau d'un échantillon de tabac ou d'un produit du tabac est déterminée par extraction de l'eau en agitant l'échantillon avec du méthanol déshydraté, suivie de l'introduction d'une partie aliquote dans le vase de titrage, d'un titrage avec le réactif de Karl Fischer exempt de pyridine, et du calcul de la teneur en eau. La méthode est applicable à n'importe quel type d'échantillon de tabac, à condition que la taille des particules ait été réduite à moins de 4 mm.

NOTE Si une réduction de la taille (par broyage ou découpage) est appliquée, elle peut entraîner une diminution de la teneur initiale en eau. Des techniques cryogéniques peuvent être utilisées pour prévenir de telles pertes d'humidité.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Réactif de Karl Fischer, exempt de pyridine, ayant un 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.

Le méthanol est hygroscopique, donc il est recommandé de boucher le flacon au moyen d'une pipette d'alimentation automatique équipée d'un piège à eau.

AVERTISSEMENT — Le méthanol est dangereux pour l'homme et pour l'environnement. Le manipuler avec précaution.

5.3 Déshydratant, gel de silice, récemment activé.

5.4 Eau, conforme à l'ISO 3696, grade 2 ou mieux [ISO 6488:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd13f5745575/iso-6488-2004>

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et notamment les éléments suivants.

La totalité de la verrerie utilisée pour la préparation et pour le dosage de l'eau doit être chauffée à $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ pendant au moins 1 h après l'évaporation de toute trace d'eau visible. La verrerie doit ensuite être refroidie et entreposée dans un dessiccateur au-dessus 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.

6.1.3 Agitateur magnétique.

6.1.4 Vase de titrage.

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

6.2 Agitateur mécanique, à plate-forme rotative, réglable à une fréquence d'agitation de 155 min^{-1} .

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

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

6.6 Étuve à air chaud, à même de maintenir une température de $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

7 Étalonnage du réactif de Karl Fischer

Verser une quantité suffisante de méthanol (5.2) dans le vase de titrage (6.1.4) pour immerger les extrémités des électrodes. Titrer toute solution résiduelle (voir la Note) dans le vase de titrage jusqu'au point d'équivalence, par ajout de réactif de Karl Fischer (5.1).

Ajouter 50 μl d'eau dans le vase de titrage 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 tapoter pour faire remonter les bulles vers l'extrémité supérieure. 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 autre solution 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 d'eau.

Transférer les 50 μl d'eau dans le vase de titrage, 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. Quand le vase peut être équipé d'un capuchon en caoutchouc, celui-ci doit être utilisé et l'aiguille introduite à travers le capuchon. Si une goutte d'eau subsiste à l'extrémité de l'aiguille, l'enlever par contact avec la surface de la solution dans le vase.

Titre 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 n'est pas supérieure à 0,05 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 avec la méthode de Karl Fischer, il est important de s'assurer que toutes les étapes de l'analyse sont réalisées de la même manière, 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, laisser 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 précipité peut se former et fausser les valeurs de titrage obtenues. On ne peut se fier qu'à l'expérience pour dire quand la solution 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 la formule suivante:

$$E = \frac{m_w}{V_w} \quad (1)$$

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.

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

8 Échantillonnage

Échantillonner le tabac brut conformément à l'ISO 4874 et les cigarettes conformément à l'ISO 8243. Échantillonner le tabac à rouler conformément à l'ISO 15592-1.

Chaque fois qu'un échantillon est recueilli et stocké, il convient de le conserver dans un récipient étanche à l'air de taille juste suffisante pour le contenir.

Si les échantillons sont stockés à 4 °C, laisser le récipient fermé s'équilibrer à la température ambiante avant de l'ouvrir.

9 Mode opératoire

9.1 Manipulation de l'échantillon

Combiner et mélanger suffisamment de prélèvements élémentaires pour rassembler au moins 100 g pour chaque sous-échantillon pour essai. Si une réduction de la taille des particules est pratiquée, il convient de rediviser l'échantillon suffisamment pour qu'il passe à travers un tamis de 4 mm. L'échantillon peut être congelé à l'azote liquide avant d'être découpé si le niveau d'humidité absolue est utile. Il n'est pas nécessaire de réduire davantage la taille des intérieurs hachés de cigarettes.

Si les échantillons à forte teneur en humidité (voir 3.1) ne peuvent pas être analysés immédiatement, il convient de les conserver à une température inférieure à 4 °C pendant une période ne dépassant pas 10 jours.

9.2 Prise d'essai

9.2.1 Prélever une prise d'essai d'environ 5 g à partir de l'échantillon préparé selon 9.1. Peser à 0,001 g près et transférer cette prise d'essai dans une fiole conique de 500 ml (6.5). Ajouter (250 ± 1) ml de méthanol dans la fiole et boucher immédiatement. Agiter au moyen de l'agitateur mécanique (6.2) pendant 30 min, avec une fréquence d'agitation de 155 min^{-1} .

9.2.2 À défaut d'un échantillon de taille suffisante, la détermination peut aussi être faite 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 au moins 50 ml de méthanol.

9.2.3 Pour la détermination de la teneur en eau des côtes de tabac 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 de méthanol, agiter pendant 30 min et laisser reposer au moins 24 h. Il convient d'agiter modérément les prises d'essai ou de les mélanger mécaniquement avant le retrait de la partie aliquote pour analyse. Dans des cas particuliers une durée d'extraction supérieure peut être nécessaire. Dans ces cas extraire l'échantillon jusqu'à l'obtention de résultats de titrage constants, c'est-à-dire quand la différence entre les deux tirages réalisés à des temps différents est inférieure ou égale à 0,5 g par 100 g.

9.2.4 Si l'extrait n'est pas analysé le jour même, le conserver dans un réfrigérateur. Après conditionnement à la température ambiante, il convient d'analyser l'extrait.

9.3 Préparation de l'appareil de titrage

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

9.4 Essai à blanc

Introduire (250 ± 1) ml de méthanol (5.2) dans une fiole conique de 500 ml (6.5), et lui faire subir les mêmes opérations que pour les extractions de prise d'essai (9.2). Prélever à partir de la fiole conique une partie aliquote de 20,0 ml de méthanol à l'aide de la pipette à un trait (6.4), et la transférer dans le vase de titrage (6.1.4). Titrer avec le réactif de Karl Fischer et enregistrer la valeur. Répéter l'essai à blanc. Si la différence entre les valeurs des deux déterminations 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 la formule

$$B = \frac{V_b}{V_m} \quad (2)$$

où

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

V_m est le volume de la partie aliquote de méthanol, en millilitres.

9.5 Détermination

Transférer 10 ml de l'extrait méthanolique dans le vase de titrage à l'aide d'une pipette à un trait (6.4), et réaliser le titrage. Après la fin du titrage, retirer la solution titrée et rincer le vase de titrage avec du méthanol. Répéter la détermination. Calculer la teneur en eau. Si la différence entre les deux calculs est inférieure ou égale à 0,5 g par 100 g, calculer la valeur moyenne. Sinon répéter l'ensemble de la détermination.

10 Expression des résultats

ISO 6488:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2dbd833-e3cd-4944-b135-bd135745575/iso-6488-2004>

La teneur en eau du tabac, w_T , exprimée en milligrammes par gramme, est donnée par la formule

$$w_T = \frac{[V_t - (B \times V_a)] \times E \times V}{m \times V_a} \quad (3)$$

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 (9.4);

V_a est le volume de 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 de réactif (Article 7);

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

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

Exprimer le résultat au milligramme par gramme près.