
NORME INTERNATIONALE



2817

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

Tabac et produits du tabac — Détermination de la teneur en silice

Tobacco and tobacco products — Determination of silica content

Première édition — 1974-03-01

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

126

[ISO 2817:1974](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/bbf6277d-b178-417e-8f54-b6c04c29fdc4/iso-2817-1974)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/bbf6277d-b178-417e-8f54-b6c04c29fdc4/iso-2817-1974>

CDU 663.97 : 543.062 : 546.282

Réf. N° : ISO 2817-1974 (F)

Descripteurs : produit agricole, tabac, analyse chimique, dosage, silice, combustion.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2817 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, et soumise aux Comités Membres en juin 1972.

ITEN STANDARD REVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

ISO 2817:1974

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Iran	Royaume-Uni
Australie	Irlande	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Inde
Thaïlande

Tabac et produits du tabac — Détermination de la teneur en silice

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de détermination de la teneur en silice du tabac, à savoir :

- la méthode par incinération (méthode 1);
- la méthode par digestion humide (méthode 2).

Ces méthodes s'appliquent pour le tabac en feuilles et le tabac haché.

2 DÉFINITION

On entend par **silice** la matière résiduelle du tabac en feuilles entières ou tabac haché, obtenue après incinération et extraction avec de l'acide chlorhydrique (méthode 1) ou par digestion et incinération (méthode 2) sous les conditions spécifiées.

3 ÉCHANTILLONNAGE

3.1 Méthode d'échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué selon la méthode spécifiée dans l'ISO ...¹⁾.

3.2 Préparation de l'échantillon

Pour le tabac en feuilles entières ou le tabac haché, sécher à l'air l'échantillon pour laboratoire jusqu'à une teneur en eau comprise entre 5 et 9 %, et broyer jusqu'à ce que l'ensemble de l'échantillon pour laboratoire passe à travers un tamis de 2 mm d'ouverture de maille. Mélanger régulièrement l'échantillon broyé, de préférence mécaniquement. Si l'échantillon n'est pas examiné immédiatement, mais doit être conservé durant 4 jours ou plus, il doit être conservé à une température comprise entre 0 et 5 °C dans un récipient étanche à large ouverture, d'une capacité telle que l'échantillon puisse être mélangé d'une manière appropriée en renversant le récipient au moins deux fois avant de prendre l'échantillon pour l'analyse.

1) En préparation.

4 MÉTHODE 1 : MÉTHODE PAR INCINÉRATION

4.1 Principe

Incinération à l'air de la prise d'essai à 550 °C, lavage avec de l'acide chlorhydrique, nouvelle incinération et pesage du résidu.

4.2 Réactifs

4.2.1 Acide chlorhydrique, 1 N.

4.2.2 Acide nitrique, concentré (ρ_{20} 1,42 g/ml).

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, sauf indication contraire spécifiée, et appareils suivants :

4.3.1 Balance analytique.

4.3.2 Four à moufle, bien ventilé, donnant une zone convenable de température uniforme de 550 ± 25 °C.

4.3.3 Capsule, rectangulaire, en silice, ayant approximativement 50 à 70 mm sur 50 mm et de 30 mm de profondeur, ou en variante, capsule en platine de dimensions similaires.

4.3.4 Plaque chauffante, chauffée électriquement, pouvant atteindre une température de 400 °C.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Prise d'essai

Peser la capsule (4.3.3) propre et sèche, à 0,001 g près. Prendre dans le récipient, approximativement 10 g de l'échantillon préparé et les répartir uniformément au fond

de la capsule. Peser la capsule avec la prise d'essai à 0,001 g près. La masse m_1 de la prise d'essai peut alors être calculée à 0,001 g près.

4.4.2 Détermination

Placer la capsule (4.3.3) contenant la prise d'essai sur la plaque chauffante (4.3.4) et chauffer lentement à une température de 340 à 380 °C sous une hotte fermée, jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement carbonisé.

Mettre ensuite la capsule dans le four à moufle (4.3.2) préalablement chauffé à 550 ± 25 °C et chauffer la prise d'essai durant 2 h à cette température, en laissant la porte du four légèrement ouverte pour établir une ventilation appropriée. Retirer la capsule du four et la laisser refroidir. Si l'on constate que tout le carbone n'est pas brûlé au bout de cette période, poursuivre jusqu'à calcination complète.

Humidifier les cendres avec environ 5 ml d'eau distillée.

Couvrir avec un verre de montre et ajouter lentement 40 ml d'acide chlorhydrique (4.2.1) le long des parois de la capsule. Ajouter les premiers millilitres avec précaution pour éviter une forte effervescence. Mettre la capsule dans un bain d'eau bouillante durant 30 min, remuer doucement de temps en temps avec un agitateur en verre. Filtrer le contenu de la capsule sur un papier filtre sans cendres à filtration moyenne. Recueillir tout le résidu sur le filtre. Utiliser un agitateur en verre avec bout en caoutchouc pour enlever toutes les particules de résidu pouvant encore adhérer aux parois de la capsule. Rincer la capsule avec de l'eau distillée tiède et filtrer. Laver soigneusement le résidu sur le papier filtre plusieurs fois avec de l'eau distillée tiède.

Mettre le papier filtre contenant le résidu dans la capsule en silice. Ajouter une goutte d'acide nitrique concentré (4.2.2). Chauffer sur la plaque chauffante jusqu'à calcination et mettre la capsule dans le four à moufle comme précédemment. Chauffer à 550 ± 25 °C durant 30 min, en laissant la porte du four légèrement ouverte comme précédemment.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir durant 10 min. Transférer la capsule dans un dessiccateur contenant du gel de silice et laisser refroidir durant 15 min. Peser ensuite la capsule avec le résidu, à 0,001 g près. La masse m_2 du résidu peut être calculée à 0,001 g près.

5 MÉTHODE 2 : MÉTHODE PAR DIGESTION HUMIDE

5.1 Principe

Destruction de la matière organique de la prise d'essai par chauffage avec un mélange acide oxydant, séparation par filtration et incinération du résidu inorganique.

5.2 Réactifs

5.2.1 Acide nitrique, concentré (ρ_{20} 1,42 g/ml).

5.2.2 Acide perchlorique, à 72 % (m/m).

ATTENTION : Les évaporations avec l'acide perchlorique doivent se faire sous une hotte fermée bien ventilée, propre et dégagée de toute matière combustible et construite soigneusement afin de résister à l'exposition des vapeurs d'acide perchlorique. En plus, on doit prévoir une protection adéquate pour l'opérateur contre une explosion possible.

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, sauf indication contraire spécifiée, et appareils suivants :

5.3.1 Balance analytique

5.3.2 Four à moufle, bien ventilé, donnant une zone convenable de température uniforme de 550 ± 25 °C.

5.3.3 Plaque chauffante, chauffée électriquement, pouvant atteindre une température de 400 °C.

5.3.4 Fiole conique, capacité 50 ml, en verre résistant à la chaleur, et munie d'un col rodé.

5.3.5 Réfrigérant, à air froid, muni d'un joint rodé.

5.3.6 Creuset en silice, d'environ 40 mm de diamètre et 20 mm de profondeur.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, la fiole conique propre et sèche (5.3.4). Ajouter environ 1 g de la prise d'essai. Peser à nouveau la fiole et la prise d'essai à 0,001 g près. La masse m_1 de la prise d'essai peut être calculée à 0,001 g près.

5.4.2 Détermination

Ajouter 5 ml d'acide nitrique concentré (5.2.1) à la prise d'essai dans la fiole. Agiter pour mélanger et laisser reposer durant 5 min. Ajouter 5 ml d'acide perchlorique (5.2.2) au mélange dans la fiole, et adapter le réfrigérant à reflux (5.3.5) sur la fiole. Le réfrigérant est prévu en vue de prolonger la réaction de digestion et de coaguler le résidu silicaté.

Placer l'ensemble sur la plaque chauffante (5.3.3) et porter à ébullition, sous hotte fermée jusqu'à la fin du dégagement des fumées brunes. Augmenter la température de la plaque chauffante jusqu'à ébullition rapide et laisser évaporer la solution pour réduire le volume à 2 ou 3 ml. Retirer la fiole de la plaque chauffante et laisser refroidir.

Laver le réfrigérant et le col de la fiole avec environ 20 ml d'eau distillée chaude et filtrer le contenu de la fiole sur un filtre sans cendres à filtration moyenne. Utiliser un agitateur en verre avec bout en caoutchouc pour enlever toutes les particules de résidu pouvant encore adhérer aux parois de la fiole. Rincer la fiole et l'agitateur avec de l'eau distillée et filtrer. Enfin, laver le résidu plusieurs fois sur le papier filtre avec de l'eau distillée tiède.

Peser le creuset en silice (5.3.6) propre et sec, à 0,001 g près, et y déposer le filtre contenant le résidu. Placer le creuset sur la plaque chauffante (5.3.3) à une température d'environ 350 °C et chauffer jusqu'à ce que le papier soit complètement brûlé. Mettre ensuite le creuset dans le four à moufle chauffé préalablement à 550 ± 25 °C et calciner à cette température durant 30 min, en laissant la porte du four légèrement ouverte pour établir une ventilation appropriée.

Retirer le creuset du four et laisser refroidir durant 10 min. Mettre le creuset dans un dessiccateur contenant du gel de silice durant 15 min. Peser le creuset et le résidu calciné, à 0,001 g près. La masse m_2 du résidu peut alors être calculée à 0,001 g près.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en silice, S , exprimée en pourcentage en masse de la prise d'essai, est donnée par la formule

$$S = \frac{m_2 \times 10^4}{m_1 \times (100 - E)}$$

où

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

m_2 est la masse, en grammes, du résidu de calcination;

E est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de la prise d'essai déterminée selon l'ISO ...¹⁾.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner 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 contenir tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 2817:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bbf6277d-b178-417e-8f54-b6c04c29fd4/iso-2817-1974>

1) En préparation.