
**Tabac et produits du tabac —
Détermination de la pureté de la nicotine —
Méthode gravimétrique à l'acide
tungstosilicique**

*Tobacco and tobacco products — Determination of nicotine purity —
Gravimetric method using tungstosilicic acid*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13276:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-
d817efc056ad/iso-13276-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997)



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.

La Norme internationale ISO 13276 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13276:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997>

© 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 et produits du tabac – Détermination de la pureté de la nicotine – Méthode gravimétrique à l'acide tungstosilicique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la pureté de la nicotine par analyse gravimétrique à l'acide tungstosilicique.

La méthode est applicable à la nicotine pure ou aux sels de nicotine utilisés pour étalonner les méthodes analytiques de détermination de la nicotine dans le domaine du tabac et produits du tabac et d'analyse de la fumée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Principe

La nicotine ou ses sels est (sont) complexée(s) par de l'acide tungstosilicique (acide silicotungstique) pour former un silicotungstate de nicotine insoluble. La masse du précipité est déterminée après filtration, soit sur un filtre en verre fritté accompagnée d'un séchage à l'étuve, soit sur un papier filtre sans cendres accompagnée d'une incinération.

3 Réactifs

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

3.1 Solution d'acide tungstosilicique

Dissoudre 12 g d'acide dodéc tungstosilicique ($\text{SiO}_2\text{12WO}_3\text{,26H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau.

NOTE 1 Éviter d'utiliser les autres formes de l'acide tungstosilicique telles que $4\text{H}_2\text{O, SiO}_2\text{10WO}_3\text{,3H}_2\text{O}$ ou $4\text{H}_2\text{O, SiO}_2\text{12WO}_3\text{,20H}_2\text{O}$ parce qu'elles ne donnent pas de précipités cristallins avec la nicotine.

3.2 Acide chlorhydrique, HCl, solution à 20 % (V/V)

Diluer 20 ml d'acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml, dans 100 ml d'eau.

3.3 Acide chlorhydrique, HCl, solution à 0,1 % (V/V)

Diluer 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) dans 1 litre d'eau.

3.4 Nicotine, solution, $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2) = 0,1$ mg/ml.

Dans une fiole jaugée de 25 ml (4.1), dissoudre dans de l'eau 2,5 mg de nicotine ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2$), puis compléter au volume avec de l'eau.

4 Appareillage

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

- 4.1 **Fiole jaugée**, de 25 ml de capacité.
- 4.2 **Béchers**, de 250 ml de capacité.
- 4.3 **Verres de montre**.
- 4.4 **Baguettes agitateurs** en verre.
- 4.5 **Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.
- 4.6 **Appareillage pour la méthode avec filtration sur verre fritté**
 - 4.6.1 **Filtre en verre fritté** (Type Gooch), de porosité 2 (40 μm à 100 μm).
 - 4.6.2 **Fiole à vide** (type Buchner).
 - 4.6.3 **Source de vide**.
 - 4.6.4 **Étuve de laboratoire**, réglable à 120 °C \pm 5 °C.
- 4.7 **Appareillage pour la méthode avec filtration sur papier filtre**
 - 4.7.1 **Papier filtre sans cendres**¹⁾.
 - 4.7.2 **Creusets** en platine ou en porcelaine.
 - 4.7.3 **Bec Bunsen à gaz ou électrique**, réglable à une température supérieure à 600 °C.
 - 4.7.4 **Four**, réglable à une température supérieure à 600 °C (facultatif).
- 4.8 **Balance analytique**, ayant une résolution de 0,1 mg.

5 Mode opératoire

5.1 Précipitation

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,1 g de nicotine (ou la quantité équivalente de sel de nicotine) (*m*) dans chacun des cinq béchers de 250 ml (4.2) équipés d'agitateurs en verre (4.4).

Ajouter 100 ml d'eau dans chacun des béchers. Ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique à 20 % (3.2) dans chaque bécher et mélanger. Ne pas retirer l'agitateur.

Ajouter lentement 15 ml de la solution d'acide tungstosilicique (3.1) tout en maintenant une agitation constante au cours de l'addition. Couvrir chaque bécher avec un verre de montre (4.3) en laissant l'agitateur en place et laisser reposer une nuit. Avant de filtrer, agiter le précipité de manière à s'assurer qu'il dépose rapidement et est sous forme cristalline. Vérifier que la précipitation est complète en ajoutant quelques gouttes supplémentaires de solution d'acide tungstosilicique.

1) Le papier filtre sans cendres Whatman n° 42 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.

5.2 Filtration

La filtration peut être effectuée au moyen de l'un ou l'autre des modes opératoires donnés en 5.2.1 ou 5.2.2.

5.2.1 Mode opératoire avec filtration sur filtre en verre fritté

Sécher chaque filtre en verre fritté (4.6.1) dans une étuve de laboratoire (4.6.4) à 120 °C jusqu'à masse constante (à ± 1 mg). Les conserver dans un dessiccateur (4.5).

Peser, à 0,000 1 g près, chaque filtre en verre fritté (4.6.1) (m_1). Filtrer le précipité directement sur le filtre en verre fritté en utilisant une fiole à vide de type Buchner (4.6.2) et une source de vide (4.6.3). S'assurer qu'aucun résidu de précipité ne reste sur les parois du bécher et de l'agitateur en verre en rinçant dans le filtre environ trois fois avec 15 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.3) à chaque fois. Rejeter les lavages.

Rincer de nouveau le précipité avec une partie aliquote de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) (400 ml peuvent être nécessaires), la recueillir et la tester en y ajoutant quelques gouttes de solution de nicotine (3.4) afin de s'assurer qu'il n'apparaît aucune opalescence, c'est-à-dire que tout l'acide tungstosilicique a été éliminé.

Sécher chaque filtre en verre fritté avec le précipité à l'étuve (4.6.4) réglée à 120 °C pendant 3 h. Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser l'ensemble à 0,000 1 g près (m_2). Placer à nouveau les filtres dans l'étuve pendant 1 h, laisser refroidir et peser à nouveau. Si nécessaire, répéter l'opération jusqu'à l'obtention d'une masse constante (à ± 1 mg).

5.2.2 Mode opératoire avec filtration sur papier filtre

Filtrer directement le précipité sur un papier filtre sans cendres (4.7.1). S'assurer qu'aucun résidu de précipité ne reste sur les parois du bécher et de l'agitateur en rinçant dans le filtre environ trois fois avec 15 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.3) à chaque fois. Rejeter les lavages.

Rincer de nouveau le précipité avec une partie aliquote de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) (400 ml peuvent être nécessaires), la recueillir et la tester en y ajoutant quelques gouttes de solution de nicotine (3.4) afin de s'assurer qu'il n'apparaît aucune opalescence, c'est-à-dire que tout l'acide tungstosilicique a été éliminé.

Sécher chaque creuset (4.7.2) sur un bec Bunsen (4.7.3) ou au four (4.7.4) à 600 °C jusqu'à masse constante (à ± 1 mg). Conserver dans un dessiccateur (4.5).

Peser chaque creuset (4.7.2) à 0,000 1 g près (m_1). Transférer le papier filtre avec le précipité dans le creuset. Placer le creuset sur un triangle en silice reposant sur un trépied et, dans un premier temps, chauffer doucement le contenu du creuset, puis l'enflammer ensuite au moyen du bec Bunsen (4.7.3). Le contenu du creuset sera déléité avec beaucoup de prudence de manière à assurer une élimination complète du carbone. Il convient que le résidu final soit de couleur jaune verdâtre. Laisser refroidir dans le dessiccateur (4.5) et peser l'ensemble à 0,000 1 g près (m_2). Répéter la procédure de chauffage jusqu'à masse constante (à ± 1 mg).

NOTE 2 Après ignition du papier filtre, il peut être utile de placer le creuset au four (4.7.4) à une température supérieure à 600 °C pendant toute une nuit. Cette technique donne l'assurance qu'il ne sera pas nécessaire de procéder à d'autres chauffages.

6 Expression des résultats

La pureté de la nicotine ou du sel de nicotine, PN, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante:

$$PN = \frac{(m_2 - m_1) \times C}{m} \times 100 \quad \dots (1)$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, du creuset vide séché;

m_2 est la masse, en milligrammes, du creuset et du précipité après séchage à l'étuve (5.2.1) ou incinération (5.2.2);

C est un facteur dépendant de la méthode de filtration:
 ~ 0,101 2 pour la méthode avec filtre en verre fritté (5.2.1);
 ~ 0,114 1 pour la méthode avec papier filtre (5.2.2);

m est la masse équivalente de nicotine, en milligrammes, de l'échantillon.

Si la méthode est utilisée pour déterminer la pureté d'un sel de nicotine, calculer la masse équivalente de nicotine, m , à partir de la masse du sel de nicotine, m_s , à l'aide de la formule suivante:

$$m = m_s \times \frac{162,2}{M_s} \quad \dots (2)$$

où M_s est la masse moléculaire du sel de nicotine.

Prendre comme résultat d'essai la moyenne arithmétique des cinq déterminations, noter le résultat à une décimale.

7 Répétabilité et reproductibilité

Un essai interlaboratoire international conduit en 1993, impliquant 17 laboratoires et portant sur 2 échantillons (un échantillon de nicotine pure et un échantillon de nicotine dégradée ont été analysés), a permis d'obtenir les valeurs suivantes pour la limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R).

La différence entre deux résultats d'essai obtenus pour différentes analyses par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps n'excédera la limite de répétabilité (r) qu'en moyenne une fois au plus sur 20 lorsque la méthode est normalement et correctement appliquée.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8f3a-1b3b-4c9f-acd6-400000000000/iso-13276-1997>

Des résultats d'essais 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 figurant dans le tableau 1.

Tableau 1 — Estimations obtenues par analyse des données

Type de nicotine	Pureté moyenne de la nicotine %	Limite de répétabilité r	Limite de reproductibilité R
Pure (> 99 %)	98,8	2,2	3,8
Dégradée	96,7	1,6	3,2

Pour l'établissement du calcul de r et de R , un résultat d'essai a été défini comme étant le taux obtenu en analysant un échantillon individuel une fois.

NOTE 3 L'estimation de R basée sur la moyenne de cinq déterminations individuelles a donné les valeurs suivantes: 2,9 pour la nicotine dégradée et 3,3 pour la nicotine pure.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13276:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997>

Annexe A

(informative)

Bibliographie

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13276:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13276:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a8ff3a-1b3b-4c9f-acd6-d817efc056ad/iso-13276-1997>