

---

---

**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 13276:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-  
b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017)



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13276:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

# Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
7.1    Mode opératoire de précipitation.....	3
7.2    Mode opératoire de filtration.....	3
7.2.1    Mode opératoire avec filtration sur filtre en verre.....	3
7.2.2    Mode opératoire avec filtration sur papier filtre.....	3
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 13276:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f449be1fe/iso-13276-2017>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/foreword.html](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13276:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique en vue d'apporter les modifications suivantes:

- Mise à jour de [l'Article 9](#).

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

**AVERTISSEMENT** — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Le présent document n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

## 1 Domaine d'application

Le présent document préconise 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, des produits du tabac et d'analyse de la fumée.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

## 4 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 creuset avec filtre en verre fritté suivie d'un séchage à l'étuve, soit sur un papier filtre sans cendres suivie d'une incinération.

## 5 Réactifs

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

**5.1 Solution d'acide tungstosilicique** (N° CAS de l'acide tungstosilicique: 12027-43-9).

Dissoudre 12 g d'acide dodéc tungstosilicique ( $H_4[Si(W_3O_{10})_4] \cdot xH_2O$ ) dans 100 ml d'eau.

NOTE Éviter d'utiliser les autres formes de l'acide tungstosilicique telles que  $4H_2O \cdot SiO_2 \cdot 10WO_3 \cdot 3H_2O$  ou  $4H_2O \cdot SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 20H_2O$  parce qu'elles ne donnent pas de précipités cristallins avec la nicotine. De l'acide tungstosilicique de N° CAS 11130-20-4 et 12027-38-2 peut être utilisé pour cette méthode, à condition qu'il produise suffisamment de précipités cristallins.

**5.2 Solution d'acide chlorhydrique**, HCl, de fraction volumique 20 %.

Diluer 20 ml d'acide chlorhydrique,  $\rho_{20}$  (HCl) = 1,18 g/ml, à 100 ml avec de l'eau.

**5.3 Solution d'acide chlorhydrique**, HCl, de fraction volumique 0,1 %.

Diluer 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) à 1 l avec de l'eau.

**5.4 Solution de nicotine**,  $\rho(C_{10}H_{14}N_2) = 0,1$  mg/ml.

Dans une fiole jaugée (6.1), dissoudre dans de l'eau 2,5 mg de nicotine ( $C_{10}H_{14}N_2$ ) et diluer à 25 ml avec de l'eau.

## 6 Appareillage

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**6.1 Fiole jaugée**, d'une capacité de 25 ml.

**6.2 Bêchers**, d'une capacité de 250 ml.

ISO 13276:2017  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb667252-194d-4672-b3b4-0c8f49be1fe/iso-13276-2017>

**6.3 Verres de montre.**

**6.4 Baguettes d'agitation en verre.**

**6.5 Dessiccateur**, contenant un agent siccatif efficace.

**6.6 Appareillage pour la méthode avec filtration sur filtre en verre.**

**6.6.1 Creuset avec filtre en verre fritté (Type Gooch)**, de porosité 2 (40  $\mu$ m à 100  $\mu$ m).

**6.6.2 Fiole à vide (fiole Büchner).**

**6.6.3 Source de vide.**

**6.6.4 Étuve de laboratoire**, permettant de maintenir une température de (120  $\pm$  5) °C.

**6.7 Appareillage pour la méthode avec filtration sur papier filtre.**

**6.7.1 Papier filtre sans cendres.**<sup>1)</sup>

**6.7.2 Creusets en platine ou en porcelaine.**

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 du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande le produit ainsi désigné.

**6.7.3 Bec Bunsen à gaz ou électrique**, permettant de maintenir une température supérieure à 600 °C.

**6.7.4 Four**, permettant de maintenir une température supérieure à 600 °C (facultatif).

**6.8 Balance analytique**, ayant une résolution de 0,1 mg.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Mode opératoire de précipitation

Il convient de mesurer une quantité appropriée de répétitions. Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,1 g de l'alcaloïde nicotine (ou la quantité équivalente de sel de nicotine) (*m*) dans chacun des cinq béchers de 250 ml, par exemple (6.2) équipés de baguettes d'agitation en verre (6.4).

Ajouter 100 ml d'eau dans chacun des béchers. Ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique à 20 % (5.2) dans chaque bécher et mélanger. Ne pas retirer la baguette d'agitation.

Ajouter lentement 15 ml de la solution d'acide tungstosilicique (5.1) tout en maintenant une agitation constante au cours de l'ajout. Couvrir chaque bécher avec un verre de montre (6.3), en laissant la baguette d'agitation en place et laisser reposer toute une nuit. Avant de filtrer, agiter le précipité de manière à s'assurer qu'il se dépose rapidement et qu'il est sous forme cristalline. Vérifier que la précipitation est complète en ajoutant quelques gouttes supplémentaires de solution d'acide tungstosilicique.

### 7.2 Mode opératoire de filtration

La filtration peut être effectuée au moyen de l'un ou l'autre des modes opératoires donnés en 7.2.1 ou 7.2.2.

#### 7.2.1 Mode opératoire avec filtration sur filtre en verre

Sécher chaque creuset avec filtre en verre (6.6.1) dans l'étuve (6.6.4) à  $(120 \pm 5)$  °C jusqu'à masse constante ( $\pm 1$  mg). Les conserver dans un dessiccateur (6.5).

Peser, à 0,000 1 g près, chaque creuset en verre (6.6.1) (*m*<sub>1</sub>). Filtrer le précipité directement sur le filtre en verre en utilisant une fiole à vide de type Büchner (6.6.2) et une source de vide (6.6.3). S'assurer qu'aucun résidu de précipité ne reste sur les parois du bécher et de la baguette d'agitation en verre en rinçant le filtre environ trois fois avec 15 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.3) à chaque fois. Rejeter les lavages.

Rincer de nouveau le précipité avec une partie aliquote de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) (jusqu'à 400 ml peuvent être nécessaires); il convient de la recueillir et de la soumettre à essai en y ajoutant quelques gouttes de solution de nicotine (5.4) 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 en verre avec le précipité à l'étuve (6.6.4) réglée à  $(120 \pm 5)$  °C pendant 3 h. Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser l'ensemble à 0,000 1 g près (*m*<sub>2</sub>). 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 ( $\pm 1$  mg).

#### 7.2.2 Mode opératoire avec filtration sur papier filtre

Filtrer directement le précipité sur un papier filtre sans cendres (6.7.1). S'assurer qu'aucun résidu de précipité ne reste sur les parois du bécher et de la baguette d'agitation en rinçant le filtre environ trois fois avec 15 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.3) à chaque fois. Rejeter les lavages.

Rincer de nouveau le précipité avec une partie aliquote de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) (jusqu'à 400 ml peuvent être nécessaires); il convient de la recueillir et de la soumettre à essai en y ajoutant quelques gouttes de solution de nicotine (5.4) 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 (6.7.2) au bec Bunsen (6.7.3) ou au four (6.7.4) à 600 °C jusqu'à masse constante ( $\pm 1$  mg). Les conserver dans un dessiccateur (6.5).

Peser chaque creuset (6.7.2) 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 ensuite l'enflammer au moyen du bec Bunsen (6.7.3). Le contenu du creuset doit être délité 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 (6.5) et peser l'ensemble à 0,000 1 g près ( $m_2$ ). Répéter le processus de chauffage jusqu'à masse constante ( $\pm 1$  mg).

NOTE Après incinération du papier filtre, il peut être utile de placer le creuset au four (6.7.4) 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.

## 8 Expression des résultats

La pureté de la nicotine ou du sel de nicotine, PN, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (1):

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

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 (7.2.1) ou incinération (7.2.2);

$C$  est un facteur dépendant de la méthode de filtration;

~0,101 2 pour la méthode avec filtre en verre (7.2.1);

~0,114 1 pour la méthode avec papier filtre (7.2.2);

$m$  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 (2):

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

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.

Si les sels de nicotine sont contaminés par des résidus de nicotine non soumis à réaction, des résultats supérieurs à 100 % peuvent être obtenus en utilisant cette méthode puisqu'elle est spécifique à la nicotine. Ces résultats inhabituels peuvent être considérés admissibles à des fins d'étalonnage.

## 9 Répétabilité et reproductibilité

Deux études collaboratives internationales ont été conduites à l'aide de cette méthode: une en 1993 en utilisant un échantillon de nicotine pure et un échantillon de nicotine dégradée, et une en 2014 en

utilisant un sel de nicotine (filtration sur filtre en verre, 7.2.1). Les valeurs données dans le [Tableau 1](#) pour la limite de répétabilité, ( $r$ ) et la limite de reproductibilité ( $R$ ) ont ainsi été obtenues.

La différence entre deux résultats d'essai obtenus pour différentes analyses réalisées 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.

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	Année	N laboratoires	N répétitions	Pureté moyenne de la nicotine %	Limite de répétabilité $r$	Limite de reproductibilité $R$
Pure (>99 %)	1993	17	1	98,8	2,2	3,8
Dégradée	1993	17	1	96,7	1,6	3,2
Tartrate (99,7 ± 0,3)	2014	12	5	99,3	0,7	1,0

Pour l'établissement du calcul de  $r$  et de  $R$  dans l'étude conduite en 1993, un résultat d'essai a été défini comme étant la teneur obtenue en analysant un échantillon individuel une fois.

NOTE 1 L'estimation de  $R$  dans l'étude de 1993 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.

NOTE 2 Si les sels de nicotine sont contaminés par des résidus de nicotine non soumis à réaction, des résultats supérieurs à 100 % peuvent être obtenus en utilisant cette méthode puisqu'elle est spécifique à la nicotine. Ces résultats inhabituels peuvent être considérés admissibles à des fins d'étalonnage.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner toutes les conditions opératoires non prévues dans le présent document, ou facultatives, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir une incidence sur le résultat.

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