

---

---

**Tabac — Détermination de la teneur  
en alcaloïdes totaux exprimés en  
nicotine — Méthode par analyse en  
flux continu à l'aide de KSCN/DCIC**

*Tobacco — Determination of the content of total alkaloids as nicotine  
— Continuous-flow analysis method using KSCN/DCIC*

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

[ISO 22980:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020>



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

ISO 22980:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<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>Préparation des solutions</b> .....	<b>2</b>
6.1 Généralités.....	2
6.2 Solution de rinçage du système.....	3
6.3 Acide acétique à 5 %.....	3
6.4 Solution de rinçage de l'échantillonneur.....	3
6.5 Solution de thiocyanate de potassium.....	3
6.6 Solution de dichloroisocyanurate de sodium (DCIC).....	3
6.7 Solution de neutralisation A.....	3
6.8 Solution de neutralisation B.....	3
6.9 Solution tampon A.....	3
6.10 Solution tampon B.....	4
<b>7</b> <b>Préparation des étalons</b> .....	<b>4</b>
7.1 Généralités.....	4
7.2 Solution mère de nicotine.....	4
7.3 Étalons de travail.....	4
<b>8</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
9.1 Préparation des échantillons à analyser.....	5
9.2 Prise d'essai.....	5
9.3 Préparation de l'extrait pour essai.....	5
<b>10</b> <b>Calculs</b> .....	<b>5</b>
<b>11</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>6</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (informative) Schémas opérationnels adaptés</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>9</b>

## 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/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*, sous-comité SC 2, *Tabac en feuilles*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

## Introduction

En 2014, le sous-groupe de chimie analytique en routine (RAC) du CORESTA a réalisé une étude collaborative portant sur deux méthodes de détermination des alcaloïdes totaux dans le tabac (exprimés en nicotine) par analyse en flux continu segmenté. Les deux méthodes sont celle présentée dans l'ISO 15152 et une nouvelle méthode proposée par le Centre national chinois d'essai et de supervision de la qualité du Tabac. Dans l'ISO 15152, le chlorure de cyanogène est produit in situ par la réaction du cyanure de potassium avec la chloramine T. La méthode proposée élimine l'utilisation de cyanure de potassium (KCN) grâce à l'utilisation de thiocyanate de potassium (KSCN) avec du dichloroisocyanurate de sodium dihydraté (DCIC) pour le développement de la coloration. Chaque méthode a été soumise à essai avec du tabac extrait à l'eau et du tabac extrait à l'acide acétique à 5 %. Les solutions d'étalonnage ont été préparées avec les mêmes solutions d'extraction.

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

[ISO 22980:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020>

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

ISO 22980:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020>

# Tabac — Détermination de la teneur en alcaloïdes totaux exprimés en nicotine — Méthode par analyse en flux continu à l'aide de KSCN/DCIC

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en alcaloïdes totaux exprimés en nicotine dans le tabac, par analyse en flux continu. Cette méthode est applicable aux échantillons de feuilles, aux tiges, aux matériaux en feuilles de tabac reconstituées et aux mélanges de tabac.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique* — Spécification et méthodes d'essai

ISO 13276, *Tabac et produits du tabac* — Détermination de la pureté de la nicotine — Méthode gravimétrique à l'acide tungstosilicique

## 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:

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

## 4 Principe

Un extrait aqueux (voir alinéa suivant) de tabac est préparé et la teneur en alcaloïdes totaux (exprimés en nicotine) contenue dans l'extrait est mesurée par réaction avec de l'acide sulfanilique et du chlorure de cyanogène. Le chlorure de cyanogène est produit in situ par la réaction du thiocyanate de potassium (KSCN) et du dichloroisocyanurate de sodium (DCIC). La couleur brune produite est mesurée à 460 nm.

Un essai interlaboratoires a montré que cette méthode donne des résultats équivalents pour l'extraction à l'eau et à l'acide acétique à 5 %. Des extraits à l'acide acétique à 5 % doivent être utilisés dans le cas d'analyses simultanées des alcaloïdes totaux (exprimés en nicotine) et des substances réductrices (voir l'ISO 15153) ou des hydrates de carbone réducteurs (voir l'ISO 15154).

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Tous les réactifs doivent être utilisés selon les bonnes pratiques de laboratoire.

5.1 Éther laurique de polyoxyéthylène (Brij-35™<sup>1</sup>), solution ayant une fraction massique de 30 %),  $(C_2H_4O)_n C_{12}H_{26}O$ , CAS # 9002-92-0.

5.2 Acide acétique,  $CH_3COOH$ , CAS # 64-19-7.

5.3 Phosphate de sodium dibasique dodécahydraté,  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ , CAS # 10039-32-4.

5.4 Phosphate de sodium monobasique dihydraté,  $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ , CAS # 13472-35-0.

5.5 Citrate de sodium dihydraté,  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ , CAS # 6132-04-3.

5.6 Acide sulfanilique,  $NH_2C_6H_4SO_3H$ , CAS # 121-57-3.

5.7 Thiocyanate de potassium (KSCN), CAS # 333-20-0.

5.8 Dichloroisocyanurate de sodium (DCIC),  $C_3Cl_2N_3NaO_3$ , CAS # 51580-86-0.

5.9 Carbonate de sodium,  $Na_2CO_3$ , CAS # 497-19-8.

5.10 Sulfate de fer(II) heptahydraté,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ , CAS # 7782-63-0.

5.11 Acide citrique monohydraté,  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ , CAS # 5949-29-1.

5.12 Ditartrate de nicotine dihydraté,  $C_{10}H_{14}N_2(C_4H_6O_6)_2 \cdot 2H_2O$ , CAS # 6019-06-3.

## 6 Préparation des solutions

### 6.1 Généralités

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau déionisée (DI) de grande qualité, exempte de contamination organique. L'eau doit être de qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

Pour de meilleurs résultats, filtrer sous vide tous les réactifs à travers un filtre de 0,45 µm (voir la [Figure 1](#)). Si nécessaire, filtrer sous vide toute l'eau utilisée lors de la préparation des étalons et pour le rinçage de l'échantillonneur; sinon, dégazer l'eau d'une autre manière.

NOTE Le kit Millipore XX1604700 | MilliSolve<sup>2</sup>), avec un flacon de 2 L est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce.

1) Brij-35™ 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 l'emploi du produit ainsi désigné.

2) Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.



Figure 1 — Exemple de montage du filtre à vide

## 6.2 Solution de rinçage du système

Ajouter 1 ml de la solution d'éther laurique de polyoxyéthylène (5.1) à 30 % dans environ 800 ml d'eau et mélanger. Diluer ensuite à 1 000 ml avec de l'eau. Ne pas conserver la solution plus d'une semaine et utiliser un flacon propre pour la nouvelle solution.

## 6.3 Acide acétique à 5 %

Ajouter 50 ml d'acide acétique dans environ 800 ml d'eau et mélanger. Diluer ensuite à 1 000 ml avec de l'eau. Ne pas conserver la solution plus d'une semaine et utiliser un flacon propre pour la nouvelle solution.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 6.4 Solution de rinçage de l'échantillonneur (Standard.iTeh.ai)

Utiliser la solution d'extraction, l'eau ou l'acide acétique à 5 % comme solution de rinçage de l'échantillonneur.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41aea483-7326-49ac-913c-8efce707f581/iso-22980-2020>

## 6.5 Solution de thiocyanate de potassium

Dissoudre 2,88 g de thiocyanate de potassium (5.7) dans de l'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau et bien homogénéiser.

## 6.6 Solution de dichloroisocyanurate de sodium (DCIC)

Dissoudre 2,20 g dichloroisocyanurate de sodium (5.8) et diluer à 250 ml avec de l'eau. Préparer une nouvelle solution chaque jour de mesurage.

## 6.7 Solution de neutralisation A

Dissoudre 1 g d'acide citrique monohydraté (5.11) et 10 g de sulfate ferreux dans environ 500 ml d'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et bien homogénéiser.

## 6.8 Solution de neutralisation B

Dissoudre 10 g carbonate de sodium (5.9) dans environ 500 ml d'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et bien homogénéiser.

## 6.9 Solution tampon A

Dissoudre 71,6 g de phosphate de sodium dibasique dodécahydraté (5.3) et 11,76 g de citrate de sodium dihydraté (5.5) dans environ 500 ml d'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau, ajouter 1 ml de solution d'éther laurique de polyoxyéthylène à 30 % (5.1) et bien mélanger.