

NORME
INTERNATIONALE

ISO
2881

Troisième édition
1992-09-01

**Tabac et produits du tabac — Détermination de
la teneur en alcaloïdes — Méthode
spectrométrique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Tobacco and tobacco products) — Determination of alkaloid content —
Spectrometric method*

ISO 2881:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfl2a72-105d-4eb0-baf6-688c2c85e11e/iso-2881-1992>



Numéro de référence
ISO 2881:1992(F)

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 2881 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2881:1977), qui a fait l'objet d'une révision technique.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Tabac et produits du tabac — Détermination de la teneur en alcaloïdes — Méthode spectrométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de référence pour la détermination spectrométrique de la teneur en alcaloïdes exprimés en nicotine, dans le tabac.

La méthode est applicable au tabac brut, au tabac manufacturé et aux produits du tabac.

3 Principe

Distillation par entraînement à la vapeur d'eau en milieu fortement alcalin de l'échantillon de tabac broyé. Mesurage spectrométrique de l'absorption du distillat et calcul de la teneur en alcaloïdes exprimée en pourcentage de nicotine.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 3401:1991, *Cigarettes — Détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres — Méthode spectrométrique.*

ISO 4874:1981, *Tabac — Échantillonnage des lots de matières premières — Principes généraux.*

ISO 6488:1981, *Tabac — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).*

ISO 8243:1991, *Cigarettes — Échantillonnage.*

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 Chlorure de sodium.

4.2 **Hydroxyde de sodium**, solution, $c(\text{NaOH}) = 8 \text{ mol/l}$.

4.3 **Acide sulfurique concentré**, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

4.4 **Acide sulfurique dilué**, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$.

4.5 **Nicotine**, pureté 98 % min.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et appareils suivants:

5.1 **Appareil de distillation par entraînement à la vapeur d'eau**, tel qu'il est décrit dans l'ISO 3401, ou tout autre appareil donnant les mêmes résultats.

Tester l'appareil selon la procédure indiquée (voir article 7) avec la nicotine pure (4.5) à la teneur maximale attendue. La valeur obtenue doit être au moins 98 % de la valeur théorique. Dans le cas contraire, améliorer la récupération en modifiant la vitesse de distillation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2881:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b12a72-105d-4eb0-baf6-6882375011e/iso-2881-1992>

Pour les essais de routine, il est possible d'utiliser l'hydrogénotartrate de nicotine étaloné par rapport à la nicotine pure (4.5).

5.2 Spectromètre, couvrant les longueurs d'onde comprises entre 230 nm et 290 nm.

5.3 Cuves en quartz appariées, de 1 cm de parcours optique.

5.4 Tamis, de 500 µm d'ouverture de maille, conforme à l'ISO 565.

5.5 Broyeur, capable de broyer l'échantillon de tabac sans élévation notable de la température (voir 7.1).

5.6 Étuve, munie d'un système d'aération par convection naturelle.

5.7 Fioles jaugées, de capacité 250 ml, à bouchon rodé.

5.8 Fioles jaugées, de capacité 100 ml, à bouchon rodé.

5.9 Pipettes à un trait, de capacités 5 ml, 10 ml et 25 ml.

5.10 Entonnoir en verre, de diamètre 55 mm environ.

5.11 Papier filtre, pour filtration rapide.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 4874 pour le tabac, ou à l'ISO 8243, pour les cigarettes.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Si nécessaire, diviser par randomisation l'échantillon pour laboratoire obtenu selon l'article 6 en deux échantillons pour essai égaux.

Si la détermination des alcaloïdes doit être combinée avec la détermination du condensat de fumée, préparer l'échantillon pour essai pour la détermination de la teneur en alcaloïdes à partir de l'échantillon pour laboratoire, après que l'échantillon pour essai servant à la détermination du condensat de fumée ait été prélevé.

Dans le cas des cigarettes, s'assurer que l'échantillon pour essai est débarrassé du papier et des filtres avant le broyage.

Protéger l'échantillon de l'humidité de l'atmosphère avant l'essai.

Avant broyage, sécher l'échantillon pour essai dans l'étuve (5.6) à une température ne dépassant pas 40 °C. Ensuite, broyer l'échantillon pour essai de manière qu'il passe au travers du tamis de 500 µm d'ouverture de maille (5.4). La durée totale de broyage ne doit pas excéder 2 min.

NOTE 1 Un broyage excessif peut causer une augmentation de la température de l'échantillon avec une perte éventuelle d'alcaloïdes.

Une partie de l'échantillon pour essai broyé doit être réservée pour la détermination de la teneur en eau.

7.2 Détermination

NOTE 2 Les quantités spécifiées dans ce paragraphe sont liées au type d'appareillage utilisé dans l'ISO 3401. Si l'on utilise un autre appareillage, ces quantités peuvent être modifiées, à condition que les résultats obtenus soient les mêmes.

7.2.1 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai dans des conditions identiques.

7.2.2 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près 1 g à 2 g (selon la teneur présumée en alcaloïdes) de l'échantillon pour essai bien mélangé.

7.2.3 Détermination de la teneur en eau

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon pour essai broyé dans la fraction d'échantillon retenue à cet effet, selon l'ISO 6488.

7.2.4 Détermination de la teneur en alcaloïdes

7.2.4.1 Distillation

AVERTISSEMENT — Prendre des précautions pendant la distillation lors de l'adjonction de l'hydroxyde de sodium.

Introduire la prise d'essai (7.2.2) dans la chambre de distillation de l'appareil de distillation (5.1) et rincer avec 5 ml à 15 ml d'eau.

Ajouter 20 g à 40 g de chlorure de sodium (4.1) et 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.2) au liquide contenu dans la chambre de distillation et fermer l'entonnoir d'introduction après passage de la dernière goutte.

NOTE 3 La quantité de chlorure de sodium doit être suffisante pour qu'il reste du sel non dissous à la fin de la distillation.

Soumettre le mélange à la distillation par entraînement à la vapeur d'eau et recueillir le distillat dans une fiole jaugée de 250 ml contenant 10 ml de l'acide sulfurique concentré (4.3). La vitesse de distillation doit être d'au moins 10 ml à 12 ml de distillat par minute. Le volume du liquide dans la chambre de distillation ne doit pas varier notablement pendant la distillation. Si nécessaire, un chauffage auxiliaire doit être employé. Recueillir 220 ml à 230 ml de distillat. Retirer la fiole en rinçant le tube collecteur avec un peu d'eau. Arrêter la distillation et rincer l'appareil de distillation. En s'assurant que la fiole est à la température ambiante, diluer jusqu'au trait de jauge (volume V_1) avec de l'eau. Agiter et prendre le distillat acidifié pour déterminer spectrométriquement les alcaloïdes dans le tabac. Filtrer le distillat acidifié s'il n'est pas clair.

NOTE 4 Si une filtration est nécessaire, éliminer les premiers 150 ml du filtrat, ou bien laver le papier filtre avec une quantité suffisante d'eau, puis le sécher avant emploi.

7.2.4.2 Détermination des alcaloïdes dans le distillat acidifié (échantillon pour essai)

Prélever, à l'aide d'une pipette, une partie aliquote (volume V_2 , normalement de 25 ml) du distillat acidifié contenu dans la fiole jaugée. L'introduire dans une seconde fiole jaugée (capacité V_3 , normalement de 100 ml) et ajuster au trait repère avec l'acide sulfurique dilué (4.4).

À l'aide du spectromètre (5.2), mesurer l'absorbance de l'échantillon pour essai à 236 nm, 259 nm et 282 nm par rapport à une solution de référence préparée à partir de 10 ml de l'acide sulfurique concentré (4.3) dilués jusqu'à 250 ml avec de l'eau.

Si l'absorbance à 259 nm est supérieure à 0,7, diluer une partie aliquote de volume inférieur (volume V_2) de l'échantillon pour essai jusqu'à un volume approprié (volume V_3) avec l'acide sulfurique dilué (4.4) et mesurer l'absorbance de cette solution comme décrit ci-dessus.

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formules

Calculer l'absorbance corrigée A d'après les valeurs de l'absorbance observées à l'aide de la formule

$$A = 1,059 \left(A_{259} - \frac{A_{236} + A_{282}}{2} \right) \quad \dots (1)$$

où A_{236} , A_{259} et A_{282} sont les absorbances mesurées respectivement à 236 nm, 259 nm et 282 nm.

Calculer le résultat d'essai [voir également l'article 9g)] comme étant le pourcentage en masse

des alcaloïdes du tabac (exprimé en nicotine), w_{nic} , dans la prise d'essai (sur la base de la masse anhydre) à partir de la formule suivante:

$$w_{\text{nic}} = \frac{100AV_1V_3}{aV_2lm \left(\frac{100-b}{100} \right)} \quad \dots (2)$$

où

a est l'absorptivité (coefficient d'absorbance spécifique) de la nicotine dans l'acide sulfurique 0,025 mol/l (c'est-à-dire 34,3 à l'absorption maximale de 259 nm);

A est l'absorbance corrigée;

b est la teneur en eau résiduelle de l'échantillon pour essai broyé, en pourcentage en masse (voir 7.2.3);

l est la longueur du parcours optique de la cuve, en centimètres;

m est la masse de l'échantillon utilisé pour la distillation, en milligrammes;

V_1 est le volume du distillat, en millilitres;

V_2 est la partie aliquote du distillat prélevée pour la dilution ultérieure, en millilitres;

V_3 est la capacité de la fiole de dilution, en millilitres.

NOTE 5 Les autres formules fréquemment utilisées sont les suivantes:

$$c = \frac{A}{al} \quad \dots (3)$$

$$a = \frac{A}{cl} \quad \dots (4)$$

$$a_{259} = 34,3$$

La quantité totale, Q , d'alcaloïdes du tabac, exprimée en milligrammes de nicotine, dans la prise d'essai est

$$Q = \frac{AV_1V_3}{aV_2l} \quad \dots (5)$$

où c est la concentration en nicotine du distillat dilué, en milligrammes par millilitre de solution, et les autres symboles sont les mêmes que dans l'équation (2).

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste sur la prise d'essai à partir du même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 0,05 % d'alcaloïdes, exprimés en nicotine, exprimé en pourcentage en masse de la prise d'essai.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) origine des échantillons et méthode d'échantillonnage;
- c) nombre d'échantillons;
- d) date de réception des échantillons;
- e) date de l'essai;
- f) teneur en eau résiduelle moyenne, exprimée en pourcentage en masse de la prise d'essai, à 0,5 % près;
- g) teneurs en alcaloïdes exprimées en nicotine (résultats de toutes les déterminations individuelles), exprimées en pourcentage de la masse anhydre des prises d'essai individuelles, à 0,01 % près;
- h) teneur moyenne en alcaloïdes exprimées en nicotine, exprimée en pourcentage de la masse anhydre de la prise d'essai, à 0,01 % près.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2881:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bf12a72-105d-4eb0-baf6-688c2c85e11e/iso-2881-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bf12a72-105d-4eb0-baf6-688c2c85e11e/iso-2881-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2881:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bf12a72-105d-4eb0-baff-688c2c85e11e/iso-2881-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2881:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bf12a72-105d-4eb0-baf6-688c2c85e11e/iso-2881-1992>

CDU 663.973:543.42:547.94

Descripteurs: tabac, analyse chimique, dosage, alcaloïde, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 4 pages
