
NORME INTERNATIONALE



3401

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

Tabac et produits du tabac – Détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres des cigarettes

Tobacco and tobacco products – Determination of alkaloid retention by filters of cigarettes

Première édition – 1977-02-15

CDU 663.97 : 547.94 : 543.42

Réf. n° : ISO 3401-1977 (F)

Descripteurs : tabac, filtre à cigarette, essai chimique, alcaloïde, détermination, capacité de rétention.

Prix basé sur 6 pages

Tabac et produits du tabac – Détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres des cigarettes

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres des cigarettes :

- la méthode directe;
- la méthode indirecte.

Ces méthodes sont applicables aux cigarettes à filtre. Généralement, la méthode directe est utilisée. La méthode indirecte ne doit être seulement utilisée que lorsque la méthode directe n'est pas applicable du fait de la récupération incomplète des alcaloïdes retenus par le matériau filtrant (par exemple avec certains types de filtres à charbon actif). La méthode indirecte ne s'applique pas aux cigarettes dont les filtres sont gainés avec des matériaux perforés ou poreux.

NOTE – Ces méthodes déterminent seulement la rétention des alcaloïdes de la fumée de tabac, exprimés en nicotine. La rétention d'autres substances présentes dans la fumée du courant principal n'est pas nécessairement liée à la rétention des alcaloïdes.

2 RÉFÉRENCES

ISO 3308, *Tabac et produits du tabac – Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes – Définitions, conditions normalisées et équipement auxiliaire.*¹⁾

ISO 3400, *Tabac et produits du tabac – Détermination des alcaloïdes dans les condensats de fumée de cigarette – Méthode spectrophotométrique.*

ISO 3402, *Tabac et produits du tabac – Atmosphères de conditionnement et d'essai.*

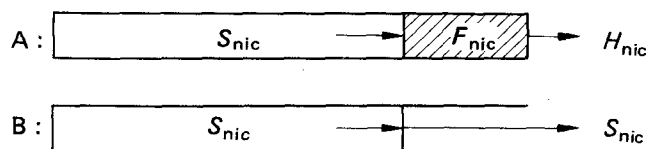
ISO ..., *Tabac et produits du tabac – Cigarettes – Échantillonnage.*²⁾

ISO ..., *Tabac et produits du tabac – Cigarettes – Fumage mécanique et détermination du condensat de fumée brut et du condensat de fumée anhydre.*²⁾

3 DÉFINITION

indice de rétention des alcaloïdes (R_{nic}) d'un filtre de cigarette : Rapport des masses, exprimé en pourcentage, des alcaloïdes retenus par le filtre à ceux arrivant sur le filtre :

$$R_{nic} = \frac{F_{nic}}{S_{nic}} \times 100$$



L'indice de rétention des alcaloïdes peut être déterminé comme suit :

- a) *Directement* par mesurage de la masse d'alcaloïdes retenue par le filtre et de celle contenue dans la fumée du courant principal sortant du filtre :

$$R_{nic} = \frac{F_{nic}}{H_{nic} + F_{nic}} \times 100 = \frac{F_{nic}}{S_{nic}} \times 100$$

où

F_{nic} est la masse d'alcaloïdes retenue par le filtre;

H_{nic} est la masse d'alcaloïdes dans la fumée du courant principal;

S_{nic} est la masse d'alcaloïdes arrivant sur le filtre (dans le cas A précédent).

1) Actuellement au stade de projet.

2) En préparation.

6.8 Entonnoirs en verre, d'environ 55 mm de diamètre.

6.9 Papier pour filtration rapide.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Effectuer l'échantillonnage selon la méthode spécifiée dans l'ISO...

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Méthode directe

8.1.1 Préparation de l'échantillon

Prélever, de l'échantillon pour laboratoire préparé selon le chapitre 7, le nombre indiqué de cigarettes à filtre pour l'ensemble des opérations élémentaires de fumage à effectuer, et les conditionner, selon l'ISO 3402, dans l'enceinte de conditionnement (6.1).

8.1.2 Détermination

Fumer les cigarettes, selon l'ISO..., sur la machine à fumer analytique de routine pour cigarettes (6.2), jusqu'à la longueur de mégot spécifiée, en une ou plusieurs opérations élémentaires de fumage, en recueillant le condensat de fumée du courant principal sur un piège pour chaque opération élémentaire de fumage. Dès que chaque cigarette a été fumée jusqu'à la longueur de mégot spécifiée, l'éteindre. À la fin de chaque opération élémentaire de fumage, séparer les bouts-filtres, en les débarrassant soigneusement du tabac y adhérent, et les ouvrir. Placer les bouts-filtres dans le ballon à distiller (6.3.2) et ajouter 20 ml du méthanol (5.1). Pour chaque opération élémentaire de fumage ultérieure, recueillir les bouts-filtres, les traiter de la même manière, et les ajouter dans le ballon à distiller.

NOTE — La séparation des mégots et l'extraction des bouts-filtres par le méthanol doivent être effectuées dans le moindre délai possible après le fumage de chaque cigarette. S'il n'est pas possible de soumettre les bouts-filtres directement à la distillation, les extraire avec du méthanol et les amener à un volume final défini. Utiliser une fraction de la solution méthanolique pour les distillations ultérieures.

8.1.2.1 DÉTERMINATION DES ALCALOÏDES RETENUS DANS LES FILTRES DE CIGARETTES (F_{nic})

Dans le cas d'une distillation directe, agiter plusieurs fois le mélange des bouts-filtres et de méthanol dans le ballon à distiller. Dans le cas d'une extraction préalable, prélever, à la pipette (6.7), un volume de la solution méthanolique et l'ajouter dans le ballon à distiller.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3), assembler l'appareil de distillation (6.3) et commencer la prédistillation en milieu acide. Régler la vitesse de distillation pour obtenir au moins 10 ml de distillat par minute. Ne pas laisser augmenter le volume du liquide dans le ballon à distiller, pendant la distillation; utiliser un chauffage auxiliaire si nécessaire.

Interrompre la distillation après avoir recueilli 100 ml environ et éliminer le distillat. Ajouter lentement 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2) et recommencer la distillation, en recueillant le distillat dans une fiole jaugée de 250 ml (6.6) contenant 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3). Recueillir 220 à 230 ml de distillat, diluer jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée; homogénéiser et filtrer si nécessaire. Utiliser cette solution pour déterminer, par spectrophotométrie, les alcaloïdes retenus dans le filtre, selon l'ISO 3400.

8.1.2.2 DÉTERMINATION DES ALCALOÏDES DANS LE CONDENSAT DE FUMÉE DU COURANT PRINCIPAL (H_{nic})

Séparer les pièges contenant le condensat de fumée du courant principal des cigarettes à filtre fumées, et introduire les disques filtrants en fibres de verre dans un ballon contenant un volume approprié du méthanol (5.1). Le volume doit être ajusté en fonction du nombre de pièges et de cigarettes fumées, de manière que les alcaloïdes correspondant à 2 ou 3 cigarettes soient contenus dans le volume de solution méthanolique prélevé pour la distillation, dans l'idéal 20 ml. Essuyer l'intérieur du piège et les tubes de raccordement avec une moitié de disque filtrant, et l'ajouter au ballon. Fermer le ballon et le laisser reposer durant la nuit. Utiliser cette solution pour déterminer, par spectrophotométrie, les alcaloïdes du condensat de fumée du courant principal, selon l'ISO 3400.

8.2 Méthode indirecte

8.2.1 Préparation de l'échantillon

Prélever, sur l'échantillon pour laboratoire préparé selon le chapitre 7, le double du nombre de cigarettes à filtre nécessaires pour la méthode directe, et les conditionner, selon l'ISO 3402, dans l'enceinte de conditionnement (6.1). Partager l'ensemble de cet échantillon ainsi préparé en deux sous-échantillons A et B identiques.

Séparer du sous-échantillon B le matériau filtrant, et laisser en place la manchette de gainage sur les cigarettes. Si la manchette de gainage doit être séparée, la remplacer par une nouvelle manchette de gainage, de même longueur que celle qui était à l'origine sur la cigarette.

8.2.2 Détermination

8.2.2.1 DÉTERMINATION DES ALCALOÏDES DU CONDENSAT DE FUMÉE DU COURANT PRINCIPAL DES CIGARETTES À FILTRE DU SOUS-ÉCHANTILLON A (H_{nic})

Fumer les cigarettes du sous-échantillon A, selon l'ISO..., sur la machine à fumer analytique de routine pour cigarettes (6.2), jusqu'à la longueur de mégot spécifiée, en une ou plusieurs opérations élémentaires de fumage (N étant le nombre d'opérations élémentaires de fumage ou le nombre de pièges utilisés dans un ensemble d'opérations élémentaires de fumage), en recueillant le condensat de fumée du courant principal sur un piège pour chaque opération élémentaire de fumage.