

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**3401**

Deuxième édition  
1991-12-01

---

---

## Cigarettes — Détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres — Méthode spectrométrique

iTeh STANDARD PREVIEW

*Cigarettes — Determination of alkaloid retention by the filters —  
Spectrometric method*

ISO 3401:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b1cfa0f-c71a-4aa6-a5f8-80a52b55e0d1/iso-3401-1991>



Numéro de référence  
ISO 3401:1991(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 3401 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3401:1977), qui a fait l'objet d'une révision technique.

© ISO 1991

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

# Cigarettes — Détermination de la rétention des alcaloïdes par les filtres — Méthode spectrométrique

## 1 Domaine d'application

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

- la méthode directe;
- la méthode indirecte.

Ces méthodes sont applicables aux cigarettes à filtre. Il faut utiliser la méthode directe, sauf si elle 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. La présente Norme internationale ne s'applique donc pas dans le cas de filtres présentant une rétention irréversible de la nicotine et équipés d'un gainage perforé ou poreux.

**NOTE 1** 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 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 3308:1991, *Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes. — Définitions et conditions normalisées* (Publiée actuellement en anglais seulement).

ISO 3400:1989, *Cigarettes — Détermination des alcaloïdes dans les condensats de fumée — Méthode spectrométrique*.

ISO 3402:1991, *Tabac et produits du tabac — Atmosphère de conditionnement et d'essai*.

ISO 4387:1991, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine*.

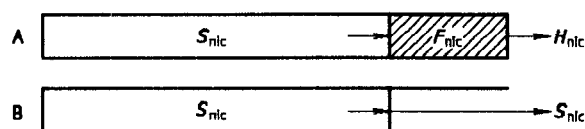
ISO 8243:1991, *Cigarettes — Échantillonnage* (Publiée actuellement en anglais seulement).

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**3.1 indice de rétention des alcaloïdes  $R_{\text{nic}}$  d'un filtre de cigarette:** Rapport, exprimé en pourcentage en masse, des alcaloïdes retenus par le filtre à ceux arrivant sur le filtre:

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



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:

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

où

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

$H_{\text{nic}}$  est la masse d'alcaloïdes dans la fumée du courant principal sortant du filtre;

$S_{\text{nic}}$  est la masse d'alcaloïdes arrivant sur le filtre [voir (A) précédent].

- b) *Indirectement*, par mesurage de la différence entre la masse des alcaloïdes de la fumée du courant principal d'une cigarette à filtre (A) et de la masse des alcaloïdes correspondant à une autre cigarette dont le matériau filtrant a été retiré (B) et dont la longueur fumée est la même que celle de la cigarette à filtre (A):

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

où

$H_{\text{nic}}$  est la masse d'alcaloïdes dans la fumée du courant principal de la cigarette à filtre (A);

$S_{\text{nic}}$  est la masse d'alcaloïdes dans la fumée du courant principal de la cigarette dont le matériau filtrant a été retiré (B).

## 4 Principe

### 4.1 Méthode directe

Fumage des cigarettes à filtre (A), selon l'ISO 4387, sur une machine à fumer analytique de routine pour cigarettes, répondant aux spécifications de l'ISO 3308, et séparation des bouts-filtres des mégots de cigarettes restants; après addition de méthanol, les bouts-filtres seront soumis à une distillation et un entraînement à la vapeur d'eau en milieu acide, afin de déplacer les substances entraîna- bles neutres et acides; rejet du distillat.

Alcalinisation du résidu dans la chambre de distillation par addition d'une base et entraînement à la vapeur des alcaloïdes nicotiniques. Estimation de la teneur en alcaloïdes nicotiniques par mesurage

spectrométrique de l'absorbance du distillat provenant de la distillation alcaline, et calcul de la masse d'alcaloïdes, exprimés en nicotine.

Collecte du condensat de fumée du courant principal des cigarettes à filtre (A), préparation d'une solution méthanolique du condensat et détermination de la masse d'alcaloïdes par distillation, selon l'ISO 3400.

### 4.2 Méthode indirecte

**4.2.1** Fumage des cigarettes à filtre (A), selon l'ISO 4387, sur une machine à fumer analytique de routine pour cigarettes, répondant aux spécifications de l'ISO 3308, collecte du condensat de fumée du courant principal, préparation d'une solution méthanolique du condensat et détermination de la masse d'alcaloïdes par distillation, selon l'ISO 3400.

**4.2.2** Élimination du matériau filtrant d'un second échantillon de cigarettes à filtre identiques (A), fumage des boudins de tabac restants (B), selon l'ISO 4387, sur une machine à fumer analytique de routine pour cigarettes, répondant aux spécifications de l'ISO 3308, collecte du condensat de fumée du courant principal, préparation d'une solution méthanolique du condensat et détermination de la masse d'alcaloïdes par distillation, selon l'ISO 3400.

## 5 Réactifs

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

### 5.1 Méthanol.

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

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

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

**5.5 Nicotine**, pureté 98 % min.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et appareils suivants:

**6.1 Enceinte de conditionnement**, réglée selon les spécifications de l'ISO 3402.

**6.2 Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes**, répondant aux spécifications de l'ISO 3308, avec piégeage sur disque en fibre de verre (voir ISO 4387).

**6.3 Appareil de distillation par entraînement à la vapeur d'eau**, comprenant les parties suivantes.

**6.3.1 Chambre de distillation.**

Chambre cylindrique, montée verticalement, d'une capacité d'environ 50 ml à 100 ml, et comportant à sa base une arrivée de vapeur.

Le système doit comprendre un chauffage auxiliaire permettant de maintenir constant le volume du liquide.

**6.3.2 Tête de distillation anti-projection.**

**6.3.3 Réfrigérant à serpent**, à double enveloppe, adaptable à la tête de distillation 6.3.2 par rodage sphérique.

**6.3.4 Entonnoir**, ou autre système, pour l'introduction de la solution d'hydroxyde de sodium et, si nécessaire, de bouts-filtres.

**6.3.5 Essai de l'appareil de distillation.**

Essayer le système selon la procédure indiquée (ISO 3400) avec une solution de nicotine pure (5.5) ayant le niveau maximum envisagé. 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.

Pour les essais de routine, il est possible d'utiliser un sel de nicotine étalonné par rapport à la nicotine pure (5.5).

NOTE 2 Les schémas d'appareils actuellement utilisés (figures 1 à 3) sont donnés à titre d'exemple. D'autres appareils peuvent aussi être utilisés à condition que les résultats obtenus soient les mêmes.

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

**6.5 Cuves en quartz**, de 1 cm de parcours optique, ou cuves appariées identiques, dans le cas d'un appareil à simple faisceau.

L'absorbance des cuves doit être identique avant et après chaque mesurage; sinon, effectuer une correction appropriée.

**6.6 Fioles jaugées**, de capacité 250 ml, à bouchon rodé.

**6.7 Pipettes à un trait**, de capacité 5 ml, 10 ml ou 25 ml(F.)

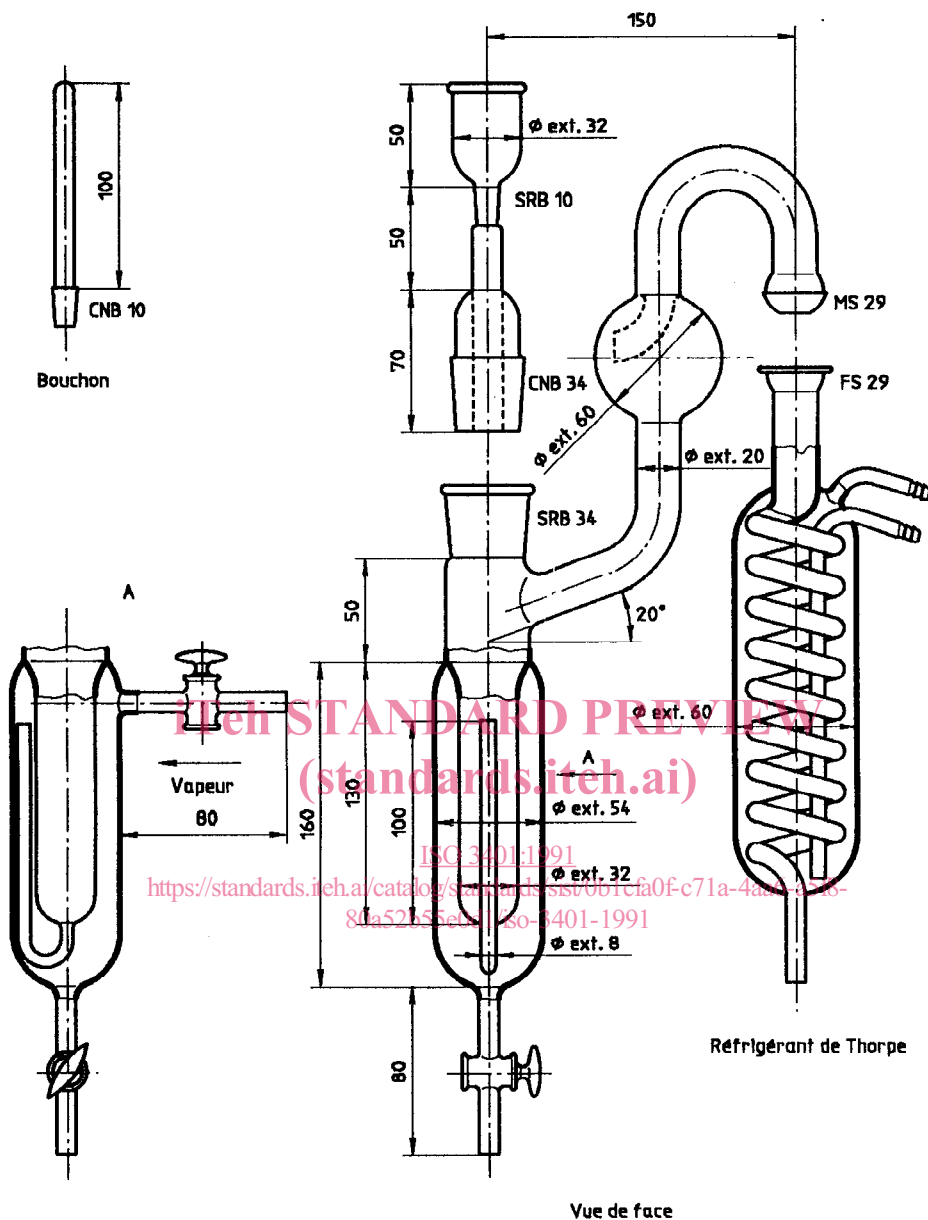
**6.8 Entonnoirs en verre**, d'environ 55 mm de diamètre.

**6.9 Papier filtre**, pour filtration rapide.

## 7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 8243.

Dimensions en millimètres



## NOTES

- 1 Toute la verrerie est en borosilicate d'épaisseur moyenne.
- 2 Robinets: PTFE, voie 4 mm.

**Figure 1 — Exemple d'appareil actuellement utilisé**

Dimensions en millimètres

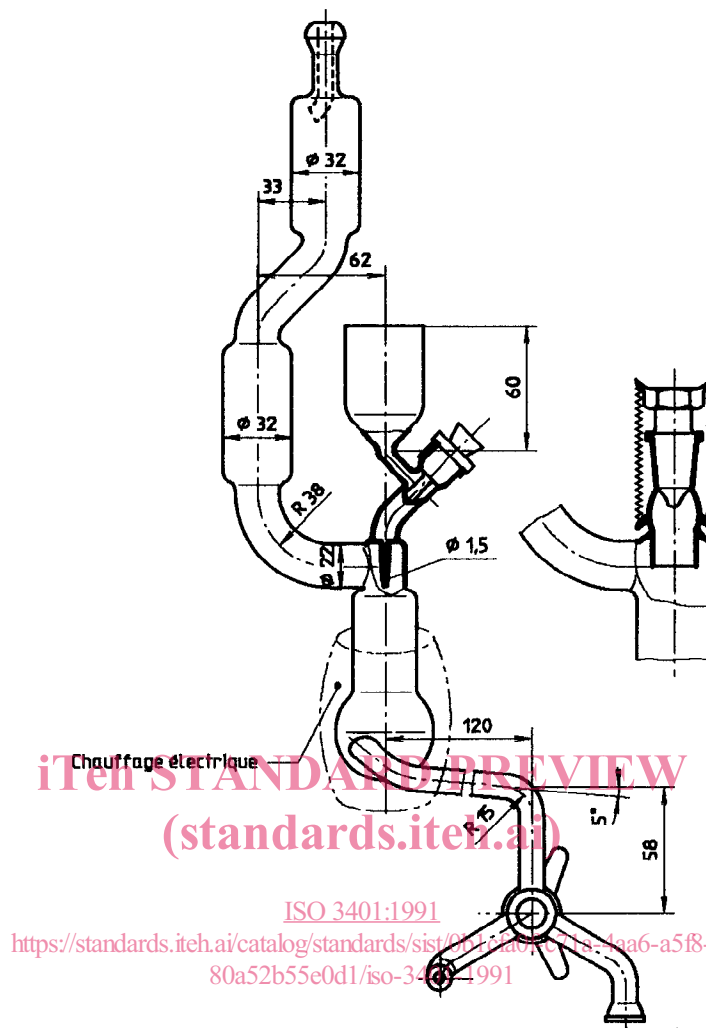
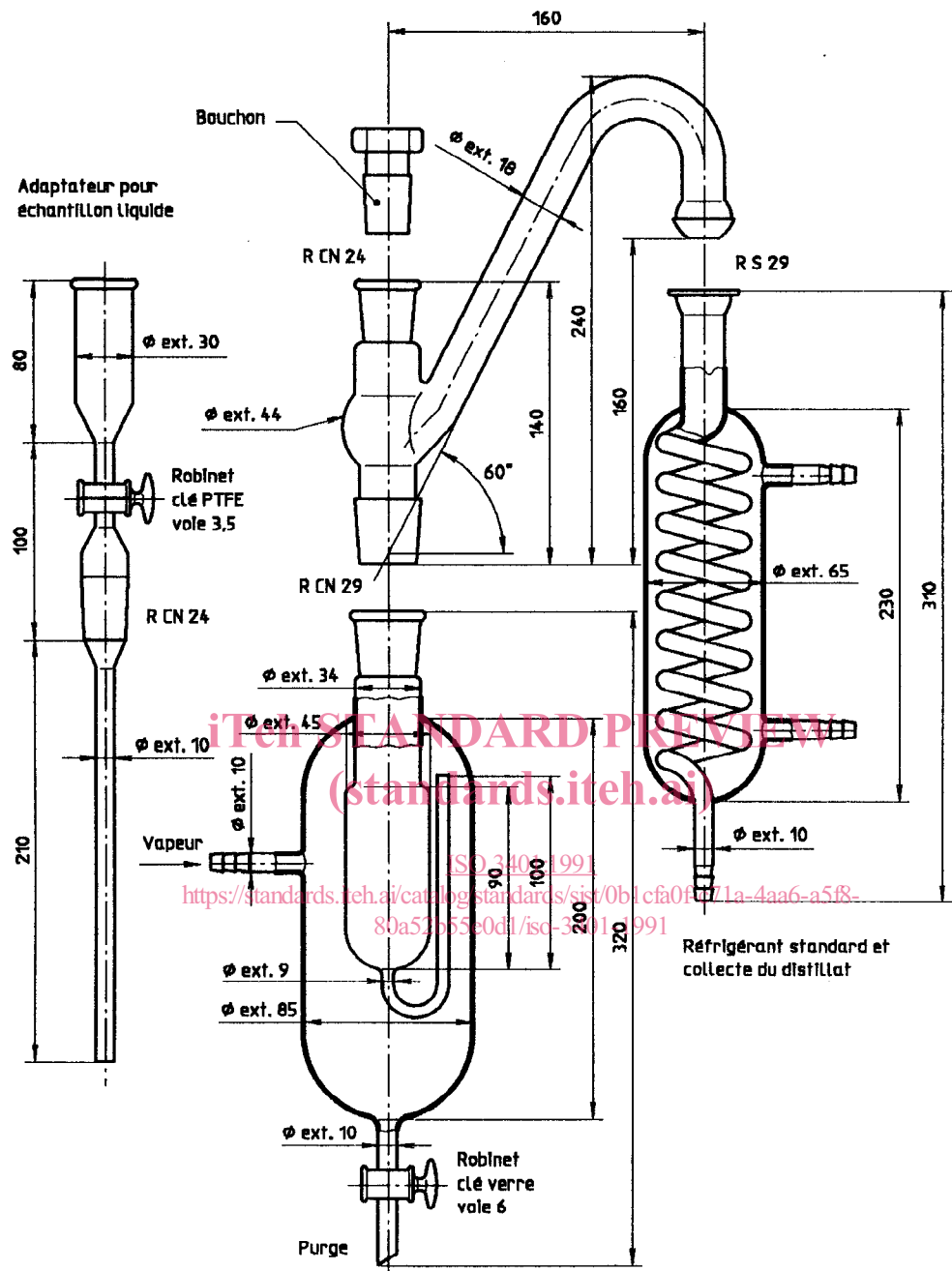


Figure 2 — Exemple d'appareil actuellement utilisé



NOTES

1 Toute la verrerie est en borosilicate d'épaisseur moyenne.

Figure 3 — Exemple d'appareil actuellement utilisé

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Méthode directe

#### 8.1.1 Préparation de l'échantillon pour essai

À partir de l'échantillon pour laboratoire préparé selon l'article 7, prélever 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

##### 8.1.2.1 Fumage

Fumer les cigarettes conditionnées (8.1.1) selon l'ISO 4387 sur la machine à fumer analytique de routine pour cigarettes (6.2), en une ou plusieurs opérations élémentaires de fumage. Recueillir le condensat de fumée du courant principal sur le piège approprié 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, isoler les bouts-filtres et les pièges. Procéder à 8.1.2.2 et 8.1.2.3 sans délai à tout stade.

##### 8.1.2.2 Détermination des alcaloïdes retenus dans les filtres de cigarettes ( $F_{\text{nic}}$ )

Séparer soigneusement le tabac adhérent aux bouts-filtres et les ouvrir. Ouvrir l'appareil de distillation et placer un maximum de trois bouts-filtres dans la chambre de distillation. Fermer l'appareil de distillation et introduire environ 10 ml de méthanol (5.1) dans la chambre.

**NOTE 3** Bien qu'il soit préférable de placer les bouts-filtres directement dans la chambre de distillation, on peut à la rigueur utiliser un extrait méthanolique comme suit: Placer 20 bouts-filtres et 100 ml de méthanol dans une fiole. Agiter pendant 30 min ou laisser reposer pendant la nuit et agiter à main. À l'aide d'une pipette transférer 10 ml de l'extrait dans la chambre de distillation.

**AVERTISSEMENT** — Des précautions sont nécessaires pendant la distillation et tant que l'hydroxyde de sodium est ajouté.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3) et commencer la distillation. Recueillir environ 100 ml de distillat dans un bécher. Sans interrompre la distillation, retirer le bécher et éliminer le distillat. Insérer le tube collecteur dans une fiole jaugée de 250 ml (6.6) contenant 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3). S'assurer que l'extrémité du tube est immergée dans l'acide. Ajouter lentement et soigneusement 5 ml de la solution d'hydroxyde de

sodium (5.2) à la chambre de distillation et fermer l'entonnoir d'introduction (6.3.4) après passage de la dernière goutte. Recueillir 220 ml à 230 ml de distillat. Enlever la fiole en rinçant le tube collecteur avec un peu d'eau. Terminer la distillation et nettoyer l'appareil de distillation, en utilisant une pince pour séparer les bouts-filtres si nécessaire.

En s'assurant que la fiole est à température ambiante, diluer jusqu'au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Si la solution n'est pas claire, filtrer à l'aide d'un papier filtre (6.9), en rejetant les premiers 150 ml du filtrat. Utiliser la solution pour déterminer, par spectrométrie, les alcaloïdes retenus dans les filtres des cigarettes, selon l'ISO 3400.

##### 8.1.2.3 Détermination des alcaloïdes dans le condensat de fumée du courant principal ( $H_{\text{nic}}$ )

Ayant séparé les pièges chargés du condensat brut de fumée du courant principal des cigarettes à filtre fumées, procéder selon la méthode suivante.

Démonter le porte-filtre et retirer éventuellement le joint d'étanchéité avec une pince. Retirer le disque avec une pince et le plier en deux. Introduire le disque plié dans une fiole conique de 150 ml de capacité contenant un volume approprié de méthanol (5.1). Le volume doit être ajusté au nombre de pièges et au nombre de cigarettes fumées afin que l'aliquote de la solution méthanolique prise pour la distillation (20 ml dans le cas idéal) contienne les alcaloïdes de 2 à 3 cigarettes.

Essuyer la surface interne de la partie avant du porte-filtre avec deux quarts d'un disque filtrant vierge avec une pince et les introduire dans la fiole. Fermer la fiole et agiter sur un agitateur électrique pendant 20 min, ou laisser reposer pendant 16 h en s'assurant que le disque n'est pas désagrégé. Utiliser, comme prise d'essai, une aliquote de cette solution pour déterminer les alcaloïdes du condensat de fumée du courant principal, selon l'ISO 3400.

### 8.2 Méthode indirecte

#### 8.2.1 Préparation de l'échantillon pour essai

À partir de l'échantillon pour laboratoire préparé selon l'article 7, prélever 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 X et Y identiques.

Retirer le matériau filtrant des cigarettes du sous-échantillon Y, et laisser en place la manchette de gainage. 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.