

---

---

**Cigarettes — Dosage du menthol dans  
les condensats de fumée — Méthode  
par chromatographie en phase gazeuse**

*Cigarettes — Determination of menthol in smoke condensates — Gas-  
chromatographic method*

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

[ISO 13110:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-  
b337bce97dc5/iso-13110-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012)



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

ISO 13110:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2013

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>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
6.1   Échantillonnage.....	3
6.2   Prise d'essai.....	3
6.3   Configuration de l'appareillage.....	3
6.4   Étalonnage du chromatographe en phase gazeuse.....	4
6.5   Dosage.....	4
<b>7</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A</b> (normative) <b>Mode opératoire de fumage pour le dosage du menthol dans les condensats de fumée</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Précautions à prendre lors de l'échantillonnage</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Exemple de chromatogramme</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> ..... <a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012</a>	<b>8</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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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.

L'ISO 13110 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 126, *Tabac et produits du tabac*.

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

[ISO 13110:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012>

## Introduction

Aucun régime de fumage mécanique ne peut reproduire parfaitement le comportement des fumeurs:

- il est recommandé que les cigarettes soient aussi soumises à essai sous les conditions d'une différente intensité de fumage mécanique que celles spécifiées dans la présente Norme internationale;
- l'essai de fumage mécanique permet de caractériser les émissions des cigarettes pour des besoins de conception et de réglementation, mais communiquer aux fumeurs les résultats de mesures sur machine peut susciter des malentendus sur les niveaux d'exposition et de risque selon les marques;
- les données concernant l'émission de fumées obtenues par des mesurages mécaniques peuvent être utilisées comme des données de base pour l'évaluation des dangers du produit mais elles ne constituent pas des mesures valables de l'exposition des individus et des risques et ce n'est pas leur but. C'est faire un usage impropre des essais réalisés conformément aux normes ISO de communiquer que les différences de mesures mécaniques entre différents produits correspondent à des différences de niveaux d'exposition ou de risque.

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

[ISO 13110:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012>

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

ISO 13110:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012>

# Cigarettes — Dosage du menthol dans les condensats de fumée — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage par chromatographie en phase gazeuse du menthol dans la matière particulaire totale (MPT) des condensats de fumée de cigarettes mentholées. Le fumage des cigarettes et la collecte du courant principal de la fumée sont effectués conformément à l'ISO 4387 à quelques exceptions près (voir [Annexe A](#)).

Le menthol encapsulé dans certains produits spécifiques peut donner lieu à une manipulation particulière non décrite dans la présente Norme internationale.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 4387, *Cigarettes — Détermination de la matière particulaire totale et de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine*

ISO 8243, *Cigarettes — Échantillonnage*

ISO 13110:2012

**3 Principe** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f8d7ae-c10a-4c4b-8c9c-b337bce97dc5/iso-13110-2012>

La matière particulaire totale du courant principal de la fumée est dissoute dans un solvant contenant un étalon interne. La teneur en menthol d'une partie aliquote de la solution est déterminée par chromatographie en phase gazeuse, et la teneur en menthol de la matière particulaire totale du courant principal de la fumée est calculée.

## 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**4.1 Gaz vecteur:** hélium, azote ou hydrogène de grande pureté.

**4.2 Gaz auxiliaires:** air et hydrogène de grande pureté pour le détecteur à ionisation de flamme.

**4.3 Propan-2-ol,** le méthanol ou l'éthanol peuvent aussi être utilisés.

**4.4 Étalon interne:** *n*-heptadécane (d'une pureté d'au moins 99 %). D'autres étalons internes appropriés (y compris, sans limitation, la carvone ou l'anéthole) peuvent être utilisés après évaluation de leur stabilité et de leur pureté et après confirmation qu'ils ne co-éluent pas avec d'autres composants de l'extrait de fumée dans la colonne du chromatographe en phase gazeuse.

Il convient que les aires du pic de l'étalon interne dans les extraits de fumée des échantillons et dans les solutions d'étalonnage soient cohérentes. Si des incohérences sont constatées, il convient d'analyser un extrait d'échantillon de fumée sans étalon interne dans la solution d'extraction afin de confirmer l'absence de pics dans l'extrait de fumée éluant en même temps que l'étalon interne.

**4.5 Solvant d'extraction:** propan-2-ol (4.3) contenant une concentration massique appropriée d'étalon interne (4.4), généralement située dans une plage comprise entre 0,2 mg/ml et 0,5 mg/ml. D'autres solvants appropriés (y compris, sans limitation, l'éthanol ou le méthanol) peuvent être utilisés après évaluation de leur efficacité d'extraction. Les solvants non stockés dans un laboratoire contrôlé en température doivent être équilibrés à température ambiante avant utilisation.

NOTE Il convient que la température ambiante soit, à titre indicatif, aux alentours de 22 °C. Si la température ambiante est substantiellement différente de 22 °C, il est nécessaire de soumettre à essai tous les solvants et étalons internes pour prouver leur viabilité d'utilisation avec la méthode dans les conditions de température du laboratoire.

**4.6 Substance de référence:** menthol de pureté connue (>99 %).

NOTE Il est recommandé de conserver le menthol dans un récipient étanche à l'air, à l'abri de toute source de chaleur et de lumière. Une température de stockage inférieure à 4 °C est recommandée.

**4.7 Solutions d'étalonnage.**

Dissoudre le menthol (4.6) dans le solvant d'extraction (4.5) pour produire une série d'au moins quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations massiques couvrent la plage qu'il est probable d'obtenir dans la prise d'essai (généralement 0,02 mg/ml à 1,0 mg/ml). Les solvants et les solutions conservés à basses températures doivent être équilibrés à température ambiante avant utilisation.

Conserver la solution mère au réfrigérateur et la remplacer après un maximum de trois mois, ou une durée dont il a été prouvé qu'elle assure une stabilité équivalente.

Conserver les solutions d'étalonnage au réfrigérateur et les remplacer après un maximum d'un mois, ou une durée dont il a été prouvé qu'elle assure une stabilité équivalente.

NOTE Il convient que la température ambiante soit, à titre indicatif, aux alentours de 22 °C. Si la température ambiante est substantiellement différente de 22 °C, il est nécessaire de soumettre à essai tous les solvants, étalons internes et solutions d'étalonnage pour prouver leur viabilité d'utilisation avec la méthode dans les conditions de température du laboratoire.

## 5 Appareillage

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

**5.1 Chromatographe en phase gazeuse,** équipé d'un injecteur multimode avec ou sans division, d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un système informatisé d'acquisition et de traitement contrôlés des données.

NOTE Il est admis d'utiliser un enregistreur et un intégrateur s'il est prouvé qu'ils sont opérationnels pour les besoins prévus.

**5.2 Colonne,** DB-WAX<sup>1)</sup>, avec une épaisseur de film de 1 µm, 0,53 mm de diamètre interne et, de préférence, 30 m de longueur, ou tout autre type de colonne ayant une capacité de séparation équivalente. La Figure C.1 illustre un exemple de chromatogramme.

---

1) DB-WAX 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 l'emploi exclusif de ce produit.



## 6 Mode opératoire

### 6.1 Échantillonnage

L'échantillonnage est réalisé conformément à l'ISO 8243.

NOTE Les précautions particulières à prendre pendant l'échantillonnage sont décrites dans l'[Annexe B](#).

### 6.2 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai en dissolvant la matière particulaire totale, produite par le fumage mécanique d'un nombre connu de cigarettes, dans un volume fixe de solvant d'extraction (4.5), de 20 ml pour des disques de papier filtre de 44 mm, ou de 50 ml pour des disques de 92 mm, en s'assurant que le disque est entièrement recouvert. Agiter l'échantillon à l'aide d'un agitateur orbital ou d'un agitateur équivalent pendant une durée d'au moins 20 min. Il est admis d'ajuster le volume pour obtenir une concentration de menthol appropriée pour la courbe d'étalonnage (voir 6.4), à condition de disposer d'un volume suffisant pour l'extraction effective du condensat de fumée. Pour le fumage normalisé, se référer à l'ISO 4387 et à l'[Annexe A](#) de la présente Norme internationale (c'est-à-dire l'ISO 13110).

### 6.3 Configuration de l'appareillage

Configurer l'appareillage et faire fonctionner le chromatographe en phase gazeuse (5.1) conformément aux instructions du fabricant. S'assurer de la bonne résolution des pics du solvant, de l'étalon interne, du menthol et des autres composants de la fumée. Il est recommandé d'équiper le chromatographe d'un passeur d'échantillons pour l'injection des échantillons.

Des conditions opératoires appropriées peuvent être les suivantes pour la colonne décrite en 5.2:

- gaz vecteur: hélium à un débit d'environ 12 ml/min;
- gaz d'appoint: hélium à un débit d'environ 5 ml/min;
- température d'injection: 200 °C;
- rapport de division (approximatif): 10/1;
- volume d'injection: 1 µl;
- température 1 du four: 100 °C;
- palier en température 1 (initial): 2 min;
- programme de température 1: 10 °C/min;
- température 2 du four: 150 °C;
- palier en température 2 (intermédiaire): 0,2 min;
- programme de température 2: 20 °C/min;
- température 3 du four: 200 °C;
- palier en température 3 (final): 3 min;
- température du détecteur: 250 °C.

En appliquant les conditions ci-dessus, la durée de l'analyse est d'environ 6 min à 8 min par échantillon.

NOTE Les conditions associées à la colonne dépendent de la colonne spécifiée en 5.2 ou d'une autre solution appropriée qui a été évaluée.