

N° : T - 306
Date : 31 décembre, 1999
Pages : 1 de 17

1 PORTEE DES APPLICATIONS

- 1.1 La présente méthode s'applique au dosage du nickel (Ni), du plomb (Pb), du cadmium (Cd), du chrome (Cr), de l'arsenic (As), du sélénium (Se) et du mercure (Hg) dans le tabac entier. Elle est conçue pour doser ces métaux traces toxiques en effectuant une seule digestion, puis l'analyse de portions distinctes du produit de digestion.
- 1.2 Pour effectuer le dosage d'un seul de ces éléments, il faudrait songer à utiliser des techniques de digestion et d'analyse différentes qui soient spécifiques à l'élément.

2 METHODES APPLICABLES

- 2.1 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D1193-77 Standard Specification for Reagent Water, Version 1977.
- 2.2 Méthode d'essai de Santé Canada T-402 - Préparation des cigarettes, du tabac à cigarettes, des cigares, des kreteks, des bidis, du tabac en feuille, du tabac à pipe et du tabac sans fumée aux fins d'essais, 1999-12-31.

3 RESUME DE LA METHODE

- 3.1 La présente méthode en est une de digestion aux micro-ondes servant à préparer des échantillons, destinés à une analyse par spectroscopie d'absorption atomique (AAS). On fait macérer du tabac lyophilisé qu'on place ensuite dans un récipient de digestion aux micro-ondes. Le tabac est ensuite traité avec un mélange d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène. Le récipient est scellé et placé dans l'appareil de digestion aux micro-ondes qui assurera la dissolution du produit. Une fois la digestion terminée, le récipient est retiré de l'appareil de digestion, ramené à la température ambiante et son contenu est transvasé dans une fiole jaugée qui est ensuite remplie au trait avec de l'eau de type I.
- 3.2 On dose le Ni, le Pb, le Cd, le Cr, l'As et le Se présents dans des portions du produit de digestion par spectroscopie d'absorption atomique sans flamme (ou absorption atomique en four de graphite). La méthode utilise des tubes de séparation à revêtement pyrolytique : leur résistance supérieure aux acides augmente leur durée de vie ainsi que la sensibilité à l'analyte. Le dosage s'effectue par interpolation sur les courbes d'étalonnage pertinentes, préparées à partir de solutions aqueuses étalons de métaux, de même concentration acide que les échantillons, afin de minimiser l'effet de matrice. Dans le cas de certains métaux il faut employer un modificateur de matrice pour empêcher la perte d'analyte durant l'analyse.

Nota : On peut aussi doser l'arsenic et le sélénium par génération de l'hydrure à partir du borohydrure de sodium. Il faut s'assurer que les métaux ont un degré d'oxydation permettant à la réaction de génération de l'hydrure de se produire de

manière quantitative. Pour ce faire, il faut effectuer une digestion secondaire et user d'une extrême prudence.

Nota : On peut aussi doser Ni, Pb, Cd et Cr par plasma inductif d'argon (ICP). Lors de l'utilisation de HCl dans le processus de digestion, il faut procéder par spectrométrie d'émission atomique (AES).

- 3.3** Dans le cas du dosage du Hg, on analyse une portion du produit de digestion par spectroscopie d'absorption atomique à vapeur froide. Cette méthode consiste à faire réagir le mercure avec le chlorure stanneux dans un réacteur à débit constant. Une pompe péristaltique force l'agent réducteur et l'échantillon dans un serpentin de mélange jusqu'à un séparateur gaz-liquide. L'azote sert de gaz vecteur pour entraîner le mercure en phase vapeur dans une cuve à circulation continue située dans le boîtier du brûleur.

Nota : La réaction étant très sensible aux variations de température, il faut vérifier la réponse à l'aide d'étalons, à intervalles fréquents et réguliers.

Nota : L'analyse et l'évaluation de certains produits à l'aide de cette méthode peuvent nécessiter l'utilisation de substances ou d'équipement potentiellement dangereux. Le présent document n'entend pas répondre à tous les aspects concernant la sécurité de son utilisation. Avant d'utiliser cette méthode normalisée, toute personne a la responsabilité de consulter les autorités compétentes et de prendre des mesures de protection de la santé et des mesures de sécurité qui tiennent compte des règlements en vigueur.

4 APPAREILLAGE ET EQUIPEMENT

- 4.1 Lyophilisateur.
- 4.2 Tubes à culture jetables en verre borosilicaté de 20 mm X 150 mm.
- 4.3 Tubes à culture, pour la macération des échantillons, de 15 mm X 125 mm.
- 4.4 Fioles jaugées de 10 mL, de 50 mL et de 100 mL.
- 4.5 Pipette automatique ou micropipettes, pour la préparation des étalons d'analyse.
- 4.6 Pipette à volume réglable, de 1 à 5 mL.
- 4.7 Flacons de stockage de 125 mL, en HDPE.
- 4.8 Flacons à scintillation de 20 mL, avec bouchons garnis d'aluminium.
- 4.9 Spectrophotomètre d'absorption atomique.
- 4.10 Échantillonneur automatique programmable.
- 4.11 Dispositif de génération de vapeur.
- 4.12 Cuve à circulation continue de mercure.
- 4.13 Atomiseur à tube de graphite.
- 4.14 Ou : ICP à absorbance simultanée Varian Axial Vista ou l'équivalent.
- 4.15 Tubes de partition Varian (revêtus) – Pièce n° 63-100012-00.
- 4.16 Lampes à cathode creuse pour Ni, Pb, Cd, Cr, As, Se et Hg.
- 4.17 Système de digestion aux micro-ondes.
- 4.18 Ensembles (2) de récipients de digestion en composite de pointe (ACV) ou l'équivalent.

5 REACTIFS ET MATERIEL

Nota : Tous les réactifs doivent être, au minimum, des réactifs de qualité analytique.

- 5.1 Acide chlorhydrique (HCl) concentré - de qualité « analyse de métaux traces » ou l'équivalent.

- 5.2 Acide nitrique (HNO₃) concentré- de qualité « analyse de métaux traces » ou l'équivalent.
- 5.3 Eau de type I (respecte la norme D 1193 de l'ASTM).
- 5.4 Acide orthophosphorique - de qualité « analyse de métaux traces » ou l'équivalent.
- 5.5 Chlorure stanneux.
- 5.6 Peroxyde d'hydrogène à 32 % .
- 5.7 Chiffons de laboratoire.
- 5.8 Étalons de référence pour l'absorption atomique – solutions étalons individuelles de 1000 µg/mL

Nota : Les étalons de référence doivent :

1. Être livrés avec un certificat d'analyse.
2. Être traçables selon les normes du NIST (National Institute of Standards and Technology).

6 PREPARATION DE LA VERRERIE

- 6.1 La verrerie doit être lavée et séchée de façon à s'assurer qu'elle ne causera aucune contamination.

Important : Le lavage de la verrerie et la propreté du milieu dans lequel l'analyse est faite ont un effet direct sur la justesse et la précision de la méthode. Afin de permettre l'obtention de résultats justes, toute la verrerie et les récipients de digestion doivent être lavés, immédiatement avant l'usage, au HCl dilué (1:1), puis rincés à l'eau de type I.

7 PREPARATION DES SOLUTIONS

7.1 Solution de chlorure stanneux (SnCl₂ à 25 % (m/v) dans du HCl à 20 % (v/v))

- 7.1.1 Peser 125 g de chlorure stanneux dans une fiole jaugée de 500 mL préalablement lavée à l'acide.
- 7.1.2 Ajouter 100 mL de HCl concentré pour dissoudre complètement le solide.

Nota : On peut chauffer modérément pour accélérer la dissolution.

- 7.1.3 Laisser la solution revenir à la température ambiante, puis ajouter prudemment de l'eau de type I pour compléter à 500 mL.
- 7.1.4 Bien mélanger et transvaser la solution dans le flacon de 500 mL relié au canal du réducteur dans le système de vaporisation.

Nota : S'il y a apparition d'un précipité dans la fiole ou le flacon, jeter la solution et en préparer une nouvelle. Il est nécessaire que le chlorure stanneux demeure en solution et le plus possible exempt de contamination.

8 PREPARATION DES ETALONS

8.1 Solutions mères étalons et dilutions requises

8.1.1 Tous les étalons pour l'analyse en four de graphite ou ICP-AES doivent être en solution acide à 10 % (v/v).

Nota : Afin d'assurer la stabilité des étalons, leur dilution doit se faire avec le même acide que celui de la solution mère commerciale.

8.1.2 La concentration de toutes les solutions mères commerciales est de 1000 µg/mL, afin d'en assurer la stabilité.

8.1.3 Étalon primaire : 1000 µg/mL.

8.1.4 Étalon secondaire (As et Se) : 1 mL d'étalon primaire dans 10 mL = 100 µg/mL.

8.1.5 Étalon mixte : 100 µL de chaque étalon primaire de Pb, de Ni et de Cd, 25 µL de l'étalon primaire de Cr et 100 µL de l'étalon secondaire d'As et de Se dans 100 mL de solution acide. Concentrations: Pb, Ni et Cd = 1 µg/mL.

8.1.6 Préparation des étalons dilués (ng/mL)

N° d'étalon	Étalon mixte (µL)	Volume final (mL)
0	0	100
1	250	100
2	500	100
3	1500	100
4	3000	100
5	5000	100

8.1.7 Pour Hg :

8.1.7.1 Les étalons de Hg pour le dosage par SAA à vapeur froide doivent être préparés dans les mêmes concentrations acides et rapports que les échantillons. Selon la méthode de digestion recommandée, ceux-ci seraient : HCl à 8 % (v/v) et HNO₃ à 5 % (v/v).

8.1.7.2 L'étalon mère commercial, en solution acide de HNO₃ à 10 % (v/v), a une concentration de 1000 µg/mL, afin d'en assurer la stabilité.

8.1.7.3 Pour obtenir les dilutions requises, il est nécessaire de préparer un étalon secondaire dont la concentration sera 1 µg/mL, lui aussi en solution acide de HNO₃ à 10 % (v/v).

Cet étalon secondaire dilué n'est stable que pendant une semaine.

8.1.7.4 Étalon mère primaire : 1000 µg/mL.

8.1.7.5 Étalon mère secondaire : 100 µL d'étalon mère primaire dans 100 mL = 1 µg/mL.

8.1.7.6 Préparation des étalons dilués (ng/mL).

N° d'étalon	Étalon secondaire (µL)	Volume final (mL)	Concentration de l'étalon [ng/mL]
1	30	100	0,3
2	50	100	0,5
3	150	100	1,5
4	300	100	3,0
5	500	100	5,0

9 ECHANTILLONNAGE

9.1 L'échantillonnage des produits du tabac aux fins d'essais doit se faire conformément aux spécifications de la publication T-402.

10 PREPARATION DES ECHANTILLONS

10.1 Sortir les cigarettes (ou les petits cigares, ou le tabac à fine coupe ou à chiquer) de son emballage et en faire un échantillon composite.

10.2 Préparer le tabac conformément aux spécifications de la publication T-402.

11 ANALYSE DE L'ECHANTILLON

11.1 Détermination du degré d'humidité

11.1.1 Introduire 3 g de tabac ou de produits du tabac dans un flacon à scintillation à bouchon revêtu d'aluminium pesés au préalable.

11.1.2 Peser le flacon contenant le tabac exactement et noter le poids total du tabac et du flacon à scintillation bouché.

11.1.3 Conserver les échantillons au congélateur pendant au moins une heure avant de les introduire dans le lyophilisateur.

11.1.4 Introduire les échantillons dans le lyophilisateur, en ayant soin de desserrer les bouchons pour permettre à l'humidité de s'échapper du tabac.

11.1.5 Après au moins 48 heures, retirer les flacons de l'appareil et resserrer immédiatement les bouchons afin d'empêcher une ré-absorption de l'humidité de l'air ambiant.

- 11.1.6** Peser les flacons à scintillation contenant le tabac lyophilisé (et leurs bouchons) exactement et noter le poids total. Calculer la teneur en humidité (en %).

Nota : Il faut soumettre au moins trois flacons à scintillation en blanc au même protocole pour contrôler tout changement de poids dû à l'humidité externe.

11.2 Préparation des échantillons

- 11.2.1** Macérer le tabac en introduisant directement un tube à centrifugeuse de 15 mm X 125 mm dans le flacon à scintillation contenant le tabac séché et en s'en servant pour broyer le tabac, tout comme avec un mortier et un pilon.

- 11.2.2** Une fois la macération du tabac terminée, essuyer les particules de tabac adhérant au tube à l'aide d'un chiffon de laboratoire avant de traiter l'échantillon suivant.

Nota 1 : La contamination ou la contamination croisée entre échantillons sont négligeables.

Nota 2 : Cette technique de broyage ne produit pas nécessairement un échantillon uniforme, mais elle facilite l'étape de digestion et augmente son niveau de reproductibilité.

11.3 Digestion de l'échantillon

- 11.3.1** Peser exactement 1 g ($\pm 0,1$ g) de tabac broyé dans l'assiette du récipient de digestion ACV.

Nota : La limite de détection est améliorée si la masse d'échantillon est augmentée à 2 g, mais le temps nécessaire à la digestion peut aussi augmenter.

- 11.3.2** Ajouter 8 mL de HCl concentré et agiter doucement; s'assurer que tout le tabac est recouvert d'acide.

- 11.3.3** Ajouter en agitant 3 mL de HNO₃ concentré et laisser reposer le tout jusqu'à disparition de l'action moussante et des vapeurs brun orangé (qui indiquent la formation de NO_x).

- 11.3.4** Ajouter 10 mL de HNO₃ à 10 %.

- 11.3.5** Ajouter 2 mL de peroxyde d'hydrogène, en prenant soin d'éviter toute effervescence excessive.

- 11.3.6** Laisser reposer les échantillons jusqu'à disparition de l'effervescence (environ 30 minutes).

- 11.3.7** Ajouter 10 mL de HNO₃ à 10 %.

- 11.3.8** Installer une membrane de rupture et boucher le récipient à digestion.

-
- 11.3.9** Installer le récipient à digestion sur le plateau rotatif et le verrouiller en place.
- 11.3.10** Choisir l'échantillon ayant le poids le plus grand (c'est-à-dire l'échantillon le plus réactif) comme récipient de référence pour surveiller la température et la pression et, de ce fait, contrôler le processus de digestion.
- 11.3.11** Charger le plateau rotatif avec les échantillons dans l'appareil de digestion aux micro-ondes et procéder à la digestion, conformément aux instructions de l'**annexe 2 : Paramètres de digestion aux micro-ondes**.
- 11.3.12** Une fois l'étape de digestion terminée, retirer le plateau rotatif du four micro-ondes et laisser les échantillons revenir à la température ambiante avant d'ouvrir le dispositif.
- 11.3.13** Examiner le produit de digestion. Si la digestion semble incomplète, ajouter prudemment de 2 à 4 mL supplémentaires de peroxyde d'hydrogène et remettre les récipients au four micro-ondes pour une digestion secondaire.
- 11.3.14** Transvaser le produit de digestion dans une fiole jaugée de 100 mL et remplir au trait avec les eaux (eau de type I) de lavage du récipient à digestion.
- 11.3.15** Le dosage du Hg doit être effectué dans les 24 heures suivant la préparation de l'échantillon. Il doit aussi être effectué avant le transvasement du contenu des fioles, afin de prévenir la contamination par le mercure.
- 11.3.16** Transvaser le contenu de la fiole dans un flacon de stockage de 125 mL en HDPE.

Nota : Les échantillons doivent être conservés sous leur forme la plus concentrée (tant pour l'analyte que pour l'acide) afin d'en assurer la stabilité. Les dilutions manuelles du produit de digestion se feront, au besoin, immédiatement avant l'analyse.

11.4 Dilutions des échantillons requises pour l'analyse élémentaire

- 11.4.1** La dilution des échantillons pourrait s'avérer nécessaire afin que leur absorbance se situe dans l'intervalle d'étalonnage approprié, avec un bon rapport signal-bruit et un effet de matrice très faible. Ce dernier étant très peu important, l'ajout d'étalons aux échantillons n'est pas nécessaire et un étalonnage ordinaire est habituellement suffisant.

Nota : On doit tenir compte de cette dilution lors des calculs effectués pour obtenir des résultats en ng/g.

Nota : Dans le cas d'As et Se, il faudra peut-être utiliser une technique à injections multiples pour obtenir un signal de réponse satisfaisant de l'instrument.

Nota : Lorsque le dosage se fait par ICP, on peut doser Ni, Cr, Pb et Cd sans dilution additionnelle de l'échantillon, mais il se peut qu'il faille augmenter la plage des concentrations si les échantillons utilisés sont plus volumineux.

11.4.2 Le dosage de Hg ne nécessite aucune dilution des échantillons.

Nota : Les dilutions sont basées sur des « moyennes » de valeurs signalées dans les publications. Elles pourraient devoir être modifiées selon les facteurs suivants : **1.** Le pays d'origine des échantillons; **2.** L'année de culture de l'échantillon (facteurs environnementaux); **3.** Le type de sol et les conditions pédologiques dans lesquels l'échantillon a poussé; **4.** Le type de tabac utilisé dans l'échantillon; et **5.** L'étage foliaire d'où proviennent les feuilles de l'échantillon de tabac (si celui-ci n'est pas un produit fini mélangé).

12 ANALYSE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

12.1 Dosage de Ni, de Pb, de Cd, de Cr, d'As et de Se par absorption atomique en four de graphite

12.1.1 Effectuer l'analyse des échantillons selon les paramètres suggérés à l'**annexe 1 : Paramètres des instruments**.

Nota : Les paramètres peuvent varier d'un instrument à l'autre et ils doivent donc être optimisés pour l'instrument utilisé.

12.2 Dosage de Ni, de Pb, de Cd et de Cr par ICP/AES

12.2.1 Analyser les échantillons selon les paramètres suggérés à l'**annexe 3 : Paramètres d'ICP**

Nota : Les paramètres peuvent varier d'un instrument à l'autre et ils doivent donc être optimisés pour l'instrument utilisé.

12.3 Dosage de Hg par absorption atomique à vapeur froide

12.3.1 Analyser les échantillons selon les paramètres de l'**annexe 1 : Paramètres des instruments**.

12.3.2 Il est important de doser le Hg moins de 48 heures (de préférence 24 heures) après la digestion des échantillons.

12.3.3 Si les échantillons ne peuvent être analysés dans ce délai, remettre le produit de digestion dans le récipient et effectuer une digestion secondaire.

12.4 Calculs

12.4.1 Les résultats fournis par le logiciel de l'appareil sont pour une solution et ils sont exprimés en ng/mL. Multiplier cette valeur par le facteur de dilution de l'échantillon et la diviser par le poids initial de l'échantillon avant la digestion, pour obtenir des données exprimées en ng/g.

12.4.2 Convertir les résultats, exprimés en ng/g, en µg/g en les divisant par 1000.

12.4.3 Tous les résultats sont exprimés en fonction de la « matière sèche ». Ils peuvent être exprimés sur une base « tel que reçu » en utilisant les valeurs de teneur en humidité appropriées.

Nota : Voici des exemples de calculs typiques :

Résultat analytique (en fonction de la « matière sèche ») :

Analyte [ng/g] = (Résultat analytique [ng/mL] x 100 mL x dilution ad.) / Masse de l'échantillon (g).

Conversion à une base « tel que reçu » :

Analyte [ng/g] « tel que reçu » = Analyte [ng/g] « matière sèche » x [1 - (% humidité / 100)].

où le « % humidité » est déterminé par lyophilisation, selon les instructions de la partie Analyse des échantillons – détermination du degré d'humidité.

13 CONTROLE DE LA QUALITE

13.1 Processus de contrôle

13.1.1 Chaque série d'analyses doit comprendre chacun des éléments suivants pour tout bloc de 24 analyses (20 à 22 échantillons véritables) :

13.1.1.1 Blanc de réactifs (**BR**) : pour déterminer la contamination de fond induite par les solvants ou la verrerie utilisés pour l'analyse.

13.1.1.2 Blanc fortifié (**BF**) : pour déterminer les pertes possibles d'analyte en cours d'analyse.

13.1.1.3 Échantillon témoin de tabac : pour déterminer la reproductibilité de l'ensemble de la méthode d'analyse d'une expérience à l'autre.

13.1.1.4 Échantillon double : pour déterminer la reproductibilité du protocole pour une même expérience ou un même lot d'échantillons analysés.

Nota : Nous recommandons que l'évaluation préliminaire de la méthode, pour des instruments particuliers et pour le milieu d'analyse, comprenne l'analyse d'une substance de référence, de nature similaire à celle du tabac, et produisant des résultats certifiés comme point de comparaison.

13.2 Limite de détection de la méthode (LDM) et limite de dosage (LD)

Nota : Des instruments différents auront des LDM et des LD distincts, selon le degré d'optimisation de chaque instrument.

13.2.1 La LDM se définit comme suit :

1. la concentration d'analyste qui donne une absorbance de 0,004 unités (la masse caractéristique);

ou
2. déterminée par l'analyse de l'étalon le moins concentré comme inconnu au moins 10 fois sur une période de plusieurs jours. La valeur de la LDM calculée est égale à trois fois l'écart-type des résultats de ces dosages;

ou
3. comme au point numéro deux, en analysant un blanc au moins 10 fois.

13.2.2 La LDM calculée peut s'exprimer en ng/g en multipliant la LDM obtenue (en ng/mL) par le volume final du produit d'extraction, puis en divisant le résultat par le poids initial de l'échantillon.

13.2.3 La valeur de la LDM, exprimée en ng/g, peut être « améliorée » en modifiant le poids initial de l'échantillon analysé, mais ceci pourrait toutefois affecter les paramètres de digestion et entraîner des perturbations.

13.2.4 La LD est :

1. la concentration de l'étalon le plus dilué utilisé pour préparer la courbe d'étalonnage (à l'exception des blancs);

ou
2. déterminée par l'analyse de l'étalon le moins concentré comme inconnu au moins 10 fois sur une période de plusieurs jours. La valeur de la LDM calculée est égale à 10 fois l'écart-type des résultats de ces dosages;

ou
3. comme au point numéro deux, en analysant un blanc.

13.2.5 La LD calculée peut s'exprimer en ng/g en multipliant la LD obtenue (exprimée en ng/mL) par le volume final du produit d'extraction, puis en divisant le résultat par le poids initial de l'échantillon.

13.2.6 L'incidence sur la LD de la modification de la masse initiale de l'échantillon analysé est la même que pour la LDM.

13.3 Stabilité des réactifs et des échantillons

13.3.1 Pour tous les analytes, sauf Hg :

13.3.1.1 Les étalons secondaires et les étalons mères mixtes sont stables pendant une semaine.

13.3.1.2 De nouvelles solutions d'étalons de travail doivent être préparées tous les deux jours.

13.3.1.3 Tous les échantillons doivent être analysés dans la semaine suivant la digestion, sinon ils doivent être digérés de nouveau.

13.3.2 Pour le dosage de Hg :

13.3.2.1 Tous les échantillons et les étalons de travail doivent être analysés dans les 48 heures (préférentiellement dans les 24 heures) suivant la digestion.

13.3.2.2 Toutes les solutions utilisées pour les analyses (par exemple, la solution pour la génération de l'hydrure) ne sont stables que pendant deux semaines à cause des problèmes possibles de contamination.

14 REFERENCES

- 14.1** *Environmental Carcinogens - Selected Methods of Analysis*, volume 8 - *Some Metals: As, Be, Cd, Cr, Ni, Pb, Se, Zn. IARC Scientific Publication*, n° 71, 1986, p. 129-138.
- 14.2** Perinelli, M.A. et Carugno, N., 1978. *Determination of Trace Metals in Cigarette Smoke by Flameless Atomic Absorption Spectrometry*, *Beitrag zur Tabakforschung International*, Band 9, Heft 4, juillet 1978, p. 214-217.
- 14.3** Westcott, D.T. et Spincer, D., 1974. *The Cadmium, Nickel and Lead Content of Tobacco and Cigarette Smoke*, *Beitrag zur Tabakforschung International*, Band 7, Heft 4, avril 1974, p. 217-221.
- 14.4** *Varian Instruments at Work: Rapid Determination of Mercury in Fish Tissue, a Rapid, Automated Technique for Routine Analysis*, N° AA-60, mai 1986.
- 14.5** *Varian Instruments at Work: Automated Cold Vapor Determination of Mercury: EPA Stannous Chloride Methodology*, N° AA-51, septembre 1985.
- 14.6** Gawalco, et al, 1997. *Comparison of Closed-Vessel and Focused Open-Vessel Microwave Dissolution for Determination of Cadmium, Copper, Lead and Selenium in Wheat, Wheat Products, Corn Bran, and Rice Flour by Transverse-Heated Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry*, *Journal of AOAC International*, vol. 80, N° 2, 1997, p. 379-387.

ANNEXES

Annexe 1 : Paramètres des instruments

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : **Ni**

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 4
Largeur de la fente (nm) : 0,2
Hauteur de la fente : normale
Longueur d'onde : 232,0
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure : 3,1
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : **Pb**

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 5
Largeur de la fente (nm) : 0,5
Hauteur de la fente : normal
Longueur d'onde : 283,3
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « On »

Modificateur de matrice : acide orthophosphorique 1000 : g/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite **Cd**
de :

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 4
Largeur de la fente (nm) : 0,5
Hauteur de la fente : normal
Longueur d'onde : 228,8
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,1
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite **Cr**
de :

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 7
Largeur de la fente (nm) : 0,2
Hauteur de la fente : réduite
Longueur d'onde : 357,9
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,2
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « Off »

Modificateur de matrice : acide orthophosphorique (1000 : g/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : As

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 5
Largeur de la fente (nm) : 0,2
Hauteur de la fente : normal
Longueur d'onde : 193,7
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « On »

Modificateur de matrice : Nitrate de nickel (1000 : g/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : Se

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 10
Largeur de la fente (nm) : 1
Hauteur de la fente : normal
Longueur d'onde : 196,0
Injection de l'échantillon : échantillon pré-mélangé
Temps de mesure : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction BGD : « On »

Modificateur de matrice : nitrate de nickel (1000 : g/mL)

Dosage par absorption atomique à vapeur froide (génération d'hydrure) : Hg

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : absorbance
Mode d'étalonnage : concentration
Mode de mesure : intégration

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 5
Largeur de la fente (nm) : 0,5
Hauteur de la fente : normale
Longueur d'onde : 253,7
Flamme : air seul. - doit être réglée pour l'air-acétylène, sans allumer la flamme
Injection de l'échantillon : auto
Échantillons multiples : 3
Temps de mesure : 4,0
Temps d'attente : 70
Correction BGD : « On »
Temps de rinçage : 35

Annexe 2 : Paramètres de digestion aux micro-ondes

Paramètres de digestion aux micro-ondes

Fabricant : CEM
Modèle : MDS 2100
Type de récipient de digestion : ACV – récipient en composite haute performance

Programme pression/température/temps pour la digestion d'échantillons de tabac entier

Étape :	1	2	3	4	5
Puissance % :	70	70	70	0	0
Pression (lb/po ²) :	50	125	175	20	150
Temps d'exécution (minutes) :	20	15	20	20	20
Paramètre « Time at » :	8	8	10	20	10
Température :	95	125	165	20	190
Vitesse du ventilateur :	50 %	50 %	50 %	80 %	

Nota : La pression et la température sont les paramètres réglables de ce programme de digestion. Si la pression prévue n'est pas atteinte, le four micro-ondes fonctionne à la puissance associée au temps programmé selon la fonction « Run Time » (temps d'exécution).

Programme pression/température/temps pour une digestion secondaire

Étape :	1	2	3	4
Puissance % :	75	75	75	0
Pression (lb/po ²) :	95	125	185	20
Température :	105	130	160	25
Temps d'exécution (minutes) :	15	20	20	20
Paramètre « Time at » :	10	15	15	20
Vitesse du ventilateur :	50	50	50	80

Nota : Ces paramètres doivent être considérés comme des suggestions initiales. La méthode de digestion doit être optimisée pour l'application particulière et pour l'instrument utilisé.

Annexe 3 : Paramètres ICP/AES

Puissance (kw): 1,20
Débit de plasma (L/minute) : 15,0
Débit auxiliaire (L/minute) : 1,50
Débit du nébuliseur (L/minute) : 0,65

	Ni	Pb	Cd	Cr
Longueur d'onde d'émission (nm)	221,648	220,353	214,439	267.716

Réglages pour l'injection de l'échantillon

Délai(s) de saisie de l'échantillon : 40
Vitesse de pompage (tr/min) : 20
Délai(s) de stabilisation de l'instrument : 15
Temps de rinçage : 10

Réglages généraux

Échantillons multiples : 3
Temps de lectures multiples : 3,0
Nombre d'étalons définis : 5

Réglage du nébulisateur à ultrasons

Chauffage : 140
Refroidissement : 2