

N° : T - 310
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 4

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode permet de déterminer le pH d'une suspension à 10 % (m/v) de tabac entier dans l'eau, à l'aide d'un pH-mètre.

2 MÉTHODES APPLICABLES

- 2.1 Méthode d'analyse T-115 de Santé Canada : Dosage du « goudron », de la nicotine et du monoxyde de carbone (CO) dans la fumée principale de tabac, 1999-12-31.
- 2.2 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D1193-77, Standard Specifications for Reagent Water, Version 1977.

3 RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE

- 3.1 Dans cette méthode, le pH d'une suspension aqueuse de tabac entier est mesuré à l'aide d'une électrode combinée et d'un potentiomètre étalonnés avec des solutions tampons. Un échantillon de deux grammes de tabac homogénéisé provenant d'une source fraîchement ouverte (emballage ou boîte de tabac fine coupe) est extrait avec 20 mL d'eau dégazée, sur un agitateur mécanique pendant 30 minutes. On laisse l'échantillon reposé à l'obscurité pendant une heure. On décante le surnageant dans un bécher jetable en polystyrène de 10 mL dans lequel on mesure le pH.

Nota : On peut utiliser une plus grande quantité d'échantillon si la quantité de tabac disponible est importante, à la condition de respecter le rapport tabac/eau de 10 % (m/v). On obtient ainsi une plus grande quantité de surnageant, ce qui facilite la mesure du pH.

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 ÉQUIPEMENT

- 4.1 Broyeur en discontinu « Robot Coupe », modèle RSI 2V, ou l'équivalent.
- 4.2 pH-mètre.
- 4.3 Compensateur automatique de température.
- 4.4 Électrode combinée pour pH, avec référence interne Ag/AgCl, à jonction en céramique (à micro-embout, de préférence).
- 4.5 Béchers jetables en polystyrène, 10 mL.
- 4.6 Erlenmeyers de 50 mL, avec bouchons (on peut utiliser du Parafilm® ou un film de laboratoire semblable pour boucher hermétiquement les erlenmeyers).
- 4.7 Agitateur mécanique oscillant ou agitateur capable de créer un tourbillon.

5 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

- 5.1 Solution d'entreposage de l'électrode pour pH.
- 5.2 Solution de KCl 4 M saturée avec la solution de remplissage pour électrode d'argent.
- 5.3 Tampon de pH = 5, phtalate monopotassique.
- 5.4 Tampon de pH = 6, phtalate monopotassique.
- 5.5 Tampon de pH = 7, phosphate de potassium et de sodium.
- 5.6 Tampon de pH = 8, phosphate dipotassique et hydroxyde de sodium 0,05 M.
- 5.7 Eau de type I.

6 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

- 6.1 Le lavage et le séchage doivent être effectués de manière à ce que la verrerie ne constitue pas une source de contamination.

7 PRÉPARATION DES SOLUTIONS ET DES ÉTALONS

- 7.1 Aucune solution n'est nécessaire, car tous les tampons utilisés sont disponibles dans le commerce et sont déjà étalonnés.

8 ÉCHANTILLONNAGE

- 8.1 L'échantillonnage des produits du tabac à analyser doit être effectué conformément à la méthode T-115.

9 TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS

- 9.1 Analyser les échantillons dès que possible après leur réception pour réduire le plus possible les problèmes d'entreposage ou de dégradation

Nota : Si l'échantillon n'est pas homogène en raison de ses caractéristiques physiques (taille des particules > 4 mm), broyer le produit à l'aide du broyeur RSI 2V. Pour que le broyage soit approprié, il faut au moins 100 grammes de produit.

Nota : Si un broyage est nécessaire, l'obtention de particules de 4 mm ne devrait pas prendre plus de trois minutes et la vitesse de broyage ne devrait pas dépasser 2000 tr/minute.

- 9.2 Dans un erlenmeyer de 50 mL, peser 2,00 g ($\pm 0,05$ g) de tabac provenant d'un emballage fraîchement ouvert.
- 9.3 Ajouter 20 mL d'eau de type I fraîchement dégazée, boucher et bien mélanger.

Nota : Le dégazage peut être réalisé :

En faisant bouillir l'eau et en la laissant refroidir à 25 °C avant de l'utiliser;
En faisant barboter du N₂ ; ou
En filtrant sous vide sur un filtre de 0,45 µm.

- 9.4 Placer les erlenmeyers sur l'agitateur mécanique pendant 30 minutes et les agiter d'un mouvement de rotation.

- 9.5** Retirer les flacons de l'agitateur et les laisser reposer à l'obscurité pendant une heure.
- 9.6** Les retirer du milieu d'entreposage à l'obscurité en les agitant d'un mouvement de rotation, puis décanter le surnageant dans un bécher de 10 mL jetable en polystyrène.

10 ANALYSE

10.1 Étalonnage du pH-mètre :

- 10.1.1** Avant de procéder à l'étalonnage ou à la détermination du pH, examiner l'électrode pour s'assurer qu'elle n'est pas endommagée et qu'elle renferme une quantité appropriée de solution de remplissage.
- 10.1.2** Étalonner le pH-mètre en deux points à l'aide de tampons de pH 5,00 et de pH 8,00, en utilisant un compensateur de température.
- 10.1.3** Pour l'étalonnage, consulter le manuel du pH-mètre utilisé.

10.2 Détermination du pH

- 10.2.1** Plonger l'électrode et la sonde du compensateur de température dans le bécher contenant le surnageant.

Nota : S'assurer que le point de jonction de l'électrode est sous le niveau de la solution.

- 10.2.2** Agiter doucement le bécher d'un mouvement de rotation pour obtenir une agitation constante du surnageant au voisinage de l'électrode.

- 10.2.3** Lire le pH sur le pH-mètre.

Nota : Si le pH affiché n'est pas stable, remettre le surnageant dans le flacon d'extraction d'origine, agiter manuellement d'un mouvement de rotation et laisser l'échantillon reposer à l'obscurité pendant encore une heure, puis répéter les étapes précédentes.

11 CALCULS

- 11.1** Extraire et analyser tous les échantillons en double.
- 11.2** Les résultats obtenus avec des échantillons en double provenant du même échantillon de tabac doivent concorder à 0,10 unité de pH près.
- 11.3** Avant de déterminer le pH d'un échantillon, mesurer le pH d'un tampon de pH connu (pH 6,00 ou 7,00) n'ayant pas servi à l'étalonnage, comme s'il s'agissait d'un échantillon. Le pH mesuré ne doit pas s'écarter de plus de 0,10 unité de pH de la valeur prévue.
- 11.4** Lorsque le pH de tous les échantillons a été déterminé, mesurer de nouveau le pH du tampon utilisé ci-dessus pour s'assurer que l'électrode donne des résultats répétables. Cette valeur ne doit pas s'écarter de plus de 0,05 unité de pH de la valeur mesurée initialement.

12 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 12.1** Extraire et analyser tous les échantillons en double.
- 12.2** Les résultats obtenus avec des échantillons en double provenant du même échantillon de tabac doivent concorder à 0,10 unité de pH près.

13 RÉFÉRENCES

- 13.1** US commercial brands of moist snuff, 1994. I. Assessment of nicotine, moisture, and pH, *Tobacco Control*, vol. 4, p. 62-66, 1995.
- 13.2** AOAC *Official Methods of Analysis*, 1995, 943.02 : pH of Flour, Potentiometric Method.
- 13.3** Manuel du pH-mètre Fisher Accumet, modèle n° 915, Fisher Scientific, 1987.
- 13.4** *Protocol for the Analysis of Nicotine, Total Moisture, and pH in Smokeless Tobacco Products*. Sections: I.F. Sample Preparation, and IV(A-E). CDC, 1997.