

N° : T - 202  
Date : 31 décembre 1999  
Page : 1 de 12

## 1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode s'applique à la séparation et au dosage des amines aromatiques (1- et 2-aminonaphthalènes et 3- et 4-aminobiphényles) dans la fumée latérale de tabac.

## 2 NORMES APPLICABLES

- 2.1 Méthode D 1193-77 de l'American Society for Testing and Materials (ASTM) – Standard Specifications for Reagent Water, Version 1977.
- 2.2 Méthode d'essai T-115 de Santé Canada – Dosage du goudron, de l'eau, de la nicotine et du monoxyde de carbone dans la fumée principale de tabac, 1999-12-31.

## 3 DÉFINITIONS

- 3.1 Pour une définition des termes utilisés dans le présent document, se reporter à la méthode T-115.

## 4 RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE

- 4.1 Cette méthode permet d'analyser la fumée latérale de tabac à l'aide d'un dispositif en forme de Y. La fumée latérale est la fumée émise à l'extrémité allumée d'une cigarette pendant les intervalles de temps entre les bouffées. Le dispositif en verre en forme de Y est placé au-dessus de la cigarette allumée et permet d'acheminer la fumée dans une direction donnée afin de doser ses divers constituants.
- 4.2 Les amines aromatiques présentes dans la fumée latérale sont piégées en faisant passer la fumée provenant de deux cigarettes au travers d'un disque filtrant en fibre de verre (tampon). Le tampon est ensuite placé dans un erlenmeyer contenant 100 mL d'une solution d'acide chlorhydrique à 5 %. Le flacon est agité pendant 30 minutes sur un agitateur oscillant, puis son contenu est filtré et le filtrat est récupéré dans une ampoule de décantation de 500 mL. On dope la solution avec un étalon interne (D<sub>9</sub>-4-aminobiphényle). L'extrait est lavé avec du dichlorométhane, alcalinisé avec une solution d'hydroxyde de sodium et extrait avec de l'hexane. Les extraits hexaniques sont séchés avec du sulfate de sodium, dérivatisés avec de l'anhydride pentafluoropropionique et de la triméthylamine, passés sur une colonne de florisil et dosés par CG/SM.

*Nota* : L'analyse et l'évaluation de certains produits à l'aide 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 de la sécurité qui tiennent compte des règlements en vigueur.

## 5 APPAREILLAGE ET ÉQUIPEMENT

- 5.1 Équipement nécessaire au conditionnement, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.2 Équipement nécessaire au marquage de la longueur des mégots, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.3 Équipement nécessaire au fumage mécanique des produits du tabac, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.4 Fioles jaugées, de classe A, de 10, 25 et 100 mL.
- 5.5 Pipettes, de classe A, de 20, 50, 100, 250 et 500 $\mu$ L et de 1 mL, ou seringue étanche équivalente d'une capacité correspondant à la plage de volumes requise.
- 5.6 Éprouvettes graduées de 50 et 100 mL.
- 5.7 Chambre en Y (montée sur un statif).
- 5.8 Erlenmeyer de 125 mL, en polyméthylpentène (PMP), avec bouchon à vis, ou l'équivalent.
- 5.9 Ampoules à décanter de 500 mL, avec bouchons en verre.
- 5.10 Entonnoir filtrant, d'un diamètre interne de 10 cm.
- 5.11 Ballons de 500 mL.
- 5.12 Pipettes Pasteur (jetables), avec poires en caoutchouc.
- 5.13 Tubes à fond conique de 15 mL.
- 5.14 Flacons pour échantillonneur automatique, avec bouchons et septums recouverts de téflon (jetables).
- 5.15 Balance analytique, affichant au moins quatre places décimales..
- 5.16 Pompe à vide (GAST ou l'équivalent).
- 5.17 Débitmètre Victor, réglé à 3 L/minute.
- 5.18 Tube en Tygon.
- 5.19 Porte-filtre et disques filtrants en fibre de verre.
- 5.20 Évaporateur rotatif, avec bain-marie réglé à 40 °C.
- 5.21 Turbo-évaporateur, avec bain-marie réglé à 40 °C.
- 5.22 Système d'extraction en phase solide (EPS) Supelco, ou l'équivalent.
- 5.23 Système de CG/SM avec échantillonneur automatique, injecteur à débit divisé avec tube d'insertion haute performance, CG, détecteur à piège à ions, ou l'équivalent.
- 5.24 Colonne pour la CG – capillaire en silice fondue DB-5MS, 30 m x 0,25 mm de d.i. x 0,25  $\mu$ m, ou l'équivalent.

## 6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 D<sub>9</sub>-4-Aminobiphényle.
- 6.2 1-Aminonaphtalène (pureté de 95 % ou supérieure).
- 6.3 2-Aminonaphtalène (pureté de 95 % ou supérieure).
- 6.4 4-Aminobiphényle (pureté de 98 % ou supérieure).

*Nota* : Le 3-aminobiphényle n'est pas disponible.

- 6.5 Acide chlorhydrique, 32 %.
- 6.6 Hexane, distillé dans du verre.
- 6.7 Dichlorométhane, distillé dans du verre.
- 6.8 Éther diéthylique, distillé dans du verre.
- 6.9 Benzène, distillé dans du verre.
- 6.10 Acétone, distillé dans du verre.

- 6.11 Eau de type I (satisfaisant à la norme D 1193 de l'ASTM).
- 6.12 Solution d'hydroxyde de sodium, 50 %.
- 6.13 Sulfate de sodium, en granules.
- 6.14 Colonnes Florisil pour EPS (Supelco), de 6 mL, remplissage de 1 g, ou l'équivalent.
- 6.15 Florisil (J.T.Baker), désactivé, 60-100 mesh, ou l'équivalent.
- 6.16 Anhydride pentafluoropropionique (PFPA).
- 6.17 Triméthylamine, solution aqueuse à 40 % en poids.
- 6.18 Papier indicateur de pH, gamme des pH élevés.

## 7 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

- 7.1 Le lavage et le séchage de la verrerie doivent être effectués de manière à ce que celle-ci ne cause pas de contamination.

## 8 PRÉPARATION DES SOLUTIONS

- 8.1 Acide chlorhydrique à 5 % - Ajouter 312 mL de solution de HCl à 32 % à un litre d'eau de type I, diluer jusqu'à deux litres avec de l'eau de type I. Bien mélanger.
- 8.2 Solution de TMA – Ajouter 2 mL de solution de triméthylamine à 40 % dans un tube à fond conique contenant 2 mL d'hexane. Agiter en créant un tourbillon pendant une minute, laisser reposer et transférer l'hexane dans un flacon de 1,5 mL pour échantillonneur automatique. Boucher et conserver au froid.
- 8.3 Solution pour élution sur Florisil - 500 mL d'hexane, 400 mL de benzène et 100 mL d'acétone. Bien mélanger.

## 9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

### 9.1 Solutions mères

- 9.1.1 Préparer une solution mère primaire (1 mg/mL) en pesant avec précision 25 mg de 4-aminobiphényle (4-amb) dans une fiole jaugée de 25 mL et en complétant avec de l'éther diéthylique.
- 9.1.2 Préparer une solution mère primaire en pesant avec précision 25 mg de 1-aminonaphthalène (1-amn) (1 mg/mL) dans une fiole jaugée de 25 mL et en complétant avec de l'éther diéthylique.
- 9.1.3 Préparer une solution mère primaire (1 mg/mL) en pesant avec précision 25 mg de 2-aminonaphthalène (2-amn) dans une fiole jaugée de 25 mL et en complétant avec de l'éther diéthylique.
- 9.1.4 Préparer une solution mère secondaire mixte en diluant 100 µL de solution primaire de 4-amb, 500 µL de solution primaire de 1-amn et 500 µL de solution primaire de 2-amn jusqu'à 10 mL avec de l'hexane.
- 9.1.5 Préparer une solution mère tertiaire en diluant 500 µL de solution mère secondaire jusqu'à 25 mL avec de l'hexane. Cette solution contient environ 200 ng/mL de 4-amb et 1000 ng/mL d'aminonaphthalènes.

### 9.2 Solution d'étalon interne (D<sub>9</sub>-4-aminobiphényle)

**9.2.1** Préparer une solution mère primaire (100 µg/mL) en pesant avec précision 10 mg de D<sub>9</sub>-4-aminobiphényle (D9-4amb) dans une fiole jaugée de 100 mL et en complétant avec de l'hexane.

**9.3 Solution d'étalon interne pour dopage (200 ng/mL de D9-4amb)**

**9.3.1** Préparer une solution d'étalon interne pour dopage en diluant 100 µL de la solution mère primaire de D<sub>9</sub>-4-aminobiphényle jusqu'à 50 mL avec de l'hexane.

**9.4 Étalons de travail**

**9.4.1** Étalon 1 (80 ng/mL de 4-amb et 400 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 4 mL de solution mère tertiaire et 1 mL de solution d'étalon interne pour dopage dans une fiole jaugée de 10 mL et compléter avec de l'hexane. Bien mélanger. Transférer 1 mL de cette solution dans un tube à fond conique, ajouter 50 µL de TMA et 50 µL de PFFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Procéder tel que décrit à l'étape 14.2.2.

**9.4.2** Étalon 2 (40 ng/mL de 4-amb et 200 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 2 mL de solution mère tertiaire et 1 mL de solution d'étalon interne pour dopage dans une fiole jaugée de 10 mL et compléter avec de l'hexane. Bien mélanger. Transférer 1 mL de cette solution dans un tube à fond conique, ajouter 50 µL de TMA et 50 µL de PFFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Procéder tel que décrit à l'étape 14.2.2.

**9.4.3** Étalon 3 (20 ng/mL de 4-amb et 100 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 1 mL de solution mère tertiaire et 1 mL de solution d'étalon interne pour dopage dans une fiole jaugée de 10 mL et compléter avec de l'hexane. Bien mélanger. Transférer 1 mL de cette solution dans un tube à fond conique, ajouter 50 µL de TMA et 50 µL de PFFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Procéder tel que décrit à l'étape 14.2.2.

**9.4.4** Étalon 4 (10 ng/mL de 4-amb et 50 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 0,5 mL de solution mère tertiaire et 1 mL de solution d'étalon interne pour dopage dans une fiole jaugée de 10 mL et compléter avec de l'hexane. Bien mélanger. Transférer 1 mL de cette solution dans un tube à fond conique, ajouter 50 µL de TMA et 50 µL de PFFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Procéder tel que décrit à l'étape 14.2.2.

**9.4.5** Étalon 5 (5 ng/mL de 4-amb et 25 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 0,25 mL de solution mère tertiaire et 1 mL de solution d'étalon interne pour dopage dans une fiole jaugée de 10 mL et compléter avec de l'hexane. Bien mélanger. Transférer 1 mL de cette solution dans un tube à fond conique, ajouter 50 µL de TMA et 50 µL de PFFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Procéder tel que décrit à l'étape 14.2.2.

**10 ÉCHANTILLONNAGE**

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

**11 PRÉPARATION DES PRODUITS DU TABAC**

- 11.1** Le conditionnement du produit doit être effectué conformément à la méthode T-115.
- 11.2** La longueur de mégot des cigarettes, des équivalents-cigarettes, des bidis, des kreteks et des cigares doit être indiquée conformément à la méthode T-115.
- 11.3** La préparation des cigarettes à être fumées dans des conditions intenses doit être effectuée conformément à la méthode T-115.

**12 PRÉPARATION DE LA MACHINE À FUMER**

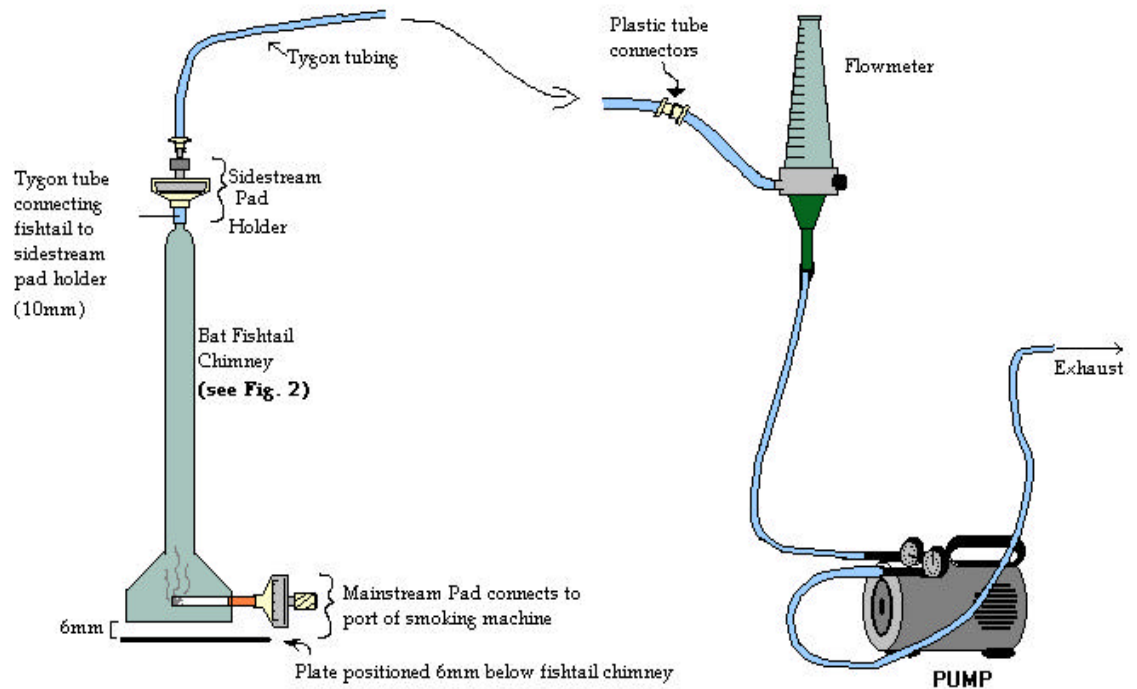
**12.1 Conditions ambiantes**

- 12.1.1** Les conditions ambiantes de fumage doivent être conformes à celles de la méthode T-115.

**12.2 Conditions relatives à la machine à fumer**

- 12.2.1** Les conditions relatives à la machine à fumer doivent être conformes à celles de la méthode T-115.

12.2.1.1 Le fumage est réalisé en utilisant de quatre à huit canaux  
d'une machine à fumer rotative à 20 canaux.



**FIGURE 1a : SIDESTREAM APPARATUS**

FIGURE 1a: SIDESTREAM APPARATUS = FIGURE 1a : DISPOSITIF POUR FUMÉE LATÉRALE

Tygon tubing = Tube en tygon

Sidestream pad holder = Porte-filtre à fumée latérale

Tygon tube connecting fishtail to sidestream pad holder (10 mm) = Tube en tygon reliant la chambre en Y au porte-filtre à fumée secondaire (10 mm)

Bat Fishtail Chimney = Chambre en Y BAT

6 mm = 6 mm

Mainstream Pad connects to port of smoking machine = Porte-filtre à fumée principale de tabac relié au canal de la machine à fumer

Plate positioned 6 mm below fishtail chimney = Plaque située à 6 mm sous la chambre en Y

Plastic tube connectors = Raccords pour tube en plastique

Flowmeter = Débitmètre

Exhaust = Évacuation

PUMP = POMPE

---

## 13 PRODUCTION DES ÉCHANTILLONS

- 13.1** La fumée principale de tabac de deux cigarettes\* est passée au travers d'un tampon relié au canal de la machine à fumer et la matière particulaire totale (MPT) est dosée.
- 13.2** La fumée latérale est aspirée dans la chambre en Y et acheminée dans d'un porte-filtre contenant un disque filtrant en fibre de verre prépesé.
- 13.3** Après le fumage, peser le porte filtre et le filtre à fumée latérale afin de déterminer la quantité de MPT, puis placer le filtre dans un erlenmeyer. Rincer les parois de la chambre en Y avec 100 mL de HCl à 5 % en récupérant le liquide de rinçage dans l'erlenmeyer, puis boucher ce dernier. Conserver à 4 °C jusqu'au moment de l'extraction.

\*Dans le cas d'autres produits du tabac, retenir un nombre tel que le filtre ne soit pas saturé.

## 14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

### 14.1 Extraction liquide-Liquide

- 14.1.1** Bien mélanger l'échantillon sur un agitateur oscillant pendant 30 minutes.
- 14.1.2** À l'aide d'un entonnoir filtrant garni d'un tampon en laine de verre, filtrer le contenu du flacon dans une ampoule de décantation. Rincer le flacon trois fois avec du HCl à 5 % et verser le liquide de rinçage dans l'ampoule de décantation.
- 14.1.3** Ajouter 100 µL de solution d'étalon interne pour dopage dans l'ampoule de décantation. Boucher et agiter.
- 14.1.4** Ajouter 50 mL de dichlorométhane dans l'ampoule de décantation. Bien agiter, puis renverser l'ampoule et ouvrir soigneusement le robinet pour purger l'ampoule. Laisser décanter.
- 14.1.5** Soutirer la couche de dichlorométhane dans un bécher et la jeter avec les déchets chlorés.
- 14.1.6** Répéter les étapes 14.1.4 et 14.1.5 deux fois (trois rinçages au total).
- 14.1.7** Ajouter lentement de 10 à 15 mL de solution de NaOH à 50 % à la phase aqueuse qui reste dans l'ampoule de décantation. Mélanger doucement, puis renverser l'ampoule et ouvrir soigneusement le robinet pour purger l'ampoule. S'assurer que le pH est supérieur à 12, sinon ajouter encore 5 mL de NaOH. S'il faut ajouter plus de 20 mL de NaOH, vérifier la solution de HCl pour s'assurer qu'elle a été préparée correctement.
- 14.1.8** Ajouter 50 mL d'hexane dans l'ampoule de décantation et agiter TRÈS TRÈS soigneusement, puis étant sous la hotte, renverser l'ampoule et ouvrir soigneusement le robinet pour purger l'ampoule. Agiter, puis de

---

nouveau purger soigneusement l'ampoule jusqu'à ce que la pression soit nulle. Laisser décanter.

- 14.1.9 Préparer un entonnoir filtrant en le garnissant d'un tampon de laine de verre et en ajoutant environ 100 g de sulfate de sodium. Rincer le sulfate de sodium avec environ 50 mL d'hexane. Jeter le liquide de rinçage.
- 14.1.10 Soutirer la couche inférieure (aqueuse) de l'ampoule de décantation dans un bécher et la mettre de côté.
- 14.1.11 Verser la couche supérieure (hexane) sur le sulfate de sodium, en prenant soin de verser l'hexane sur toute la surface du sulfate de sodium et récupérer le filtrat dans un ballon de 500 mL.
- 14.1.12 Remettre le contenu du bécher dans l'ampoule de décantation et y ajouter 50 mL d'hexane. Agiter très soigneusement et laisser reposer.
- 14.1.13 Répéter les étapes 14.1.10 à 14.1.12.
- 14.1.14 Après la troisième extraction à l'hexane, on peut jeter la couche aqueuse.
- 14.1.15 Répéter l'étape 14.1.11.
- 14.1.16 Rincer le sulfate de sodium avec environ 50 mL d'hexane et récupérer le liquide de rinçage dans le ballon.
- 14.1.17 Ajouter 50 µL de la solution de TMA et 50 µL de la solution de PFPA. Agiter d'un mouvement de rotation et observer la formation d'un fin brouillard dans le ballon. Laisser reposer au moins 30 minutes (ou pendant toute la nuit).

## 14.2 Extraction en phase solide (EPS)

- 14.2.1 Évaporer le contenu du ballon jusqu'à presque siccité avec un évaporateur rotatif.
- 14.2.2 Préparer une colonne de florisil en ajoutant 2 g de florisil à un tube de florisil de 1 g (6 mL). Ajouter une petite quantité de sulfate de sodium sur le florisil.
- 14.2.3 Prélaver avec 5 mL d'un mélange hexane/benzène/acétone (pour éliminer toutes les bulles d'air de la colonne).
- 14.2.4 Ajouter environ 1 mL du mélange hexane/benzène/acétone dans le ballon (en rinçant les parois).
- 14.2.5 Verser le mélange sur la colonne de florisil et la laisser s'écouler dans un tube à fond conique de 15 mL.
- 14.2.6 Répéter les étapes 14.2.4 et 14.2.5 encore deux fois.



- 14.2.7** Rincer le tube de florisil avec le mélange hexane/benzène/acétone jusqu'à l'obtention d'environ 15 mL de liquide dans le tube à fond conique.
- 14.2.8** Réduire le volume de l'éluat jusqu'à environ 1 mL, à l'aide de l'évaporateur rotatif sous un courant d'azote (3 à 5 lb/po<sup>2</sup>).
- 14.2.9** Au besoin, ajuster le volume se trouvant dans le tube à environ 1 mL avec de l'hexane et agiter brièvement en créant un tourbillon (environ 10 secondes).
- 14.2.10** Verser le contenu du tube dans un flacon pour échantillonneur automatique, le boucher et le conserver à 4°C jusqu'au moment de l'injection dans le CG/SM.

### 14.3 Paramètres du CG/SM

- 14.3.1** Température de l'injecteur 60 °C pendant 0,5 minute  
180 °C par minute jusqu'à  
280 °C, maintenir jusqu'à la fin  
de l'analyse.
- 14.3.2** Température de la colonne 80 °C pendant 2 minutes  
10 °C par minute jusqu'à 210 °C  
20 °C par minute jusqu'à 280 °C  
Maintenir à 280 °C pendant  
3,5 minutes
- 14.3.3** Température de la ligne de transfert 270 °C.
- 14.3.4** Température de collecteur 240 °C.
- 14.3.5** Pression en tête de colonne 12 lb/po<sup>2</sup>.
- 14.3.6** Volume injecté 1 µL.
- 14.3.7** Gamme de balayage 100 à 330 amu.
- 14.3.8** Pics des ions utilisés m/z 315 pour les analytes (3- et  
4-aminobiphényle).  
m/z 324 pour l'étalon interne  
(D<sub>9</sub>-4-aminobiphényle.)  
m/z 289 pour les analytes (1- et  
2-aminonaphthalène).

- 14.4** En utilisant cinq étalons de travail, préparer une courbe d'étalonnage (rapport de la réponse de chaque analyte à la réponse de l'étalon interne en fonction de la concentration d'analyte, en ng/mL) au début de l'analyse. Le dosage est réalisé à l'aide de la méthode de l'étalon interne fournie avec le logiciel du CG/SM. Préparer une courbe d'étalonnage pour le 3-aminobiphényle à partir de la courbe pour le 4-aminobiphényle. Les spectres et les temps de rétention de ces deux analytes sont déterminés par analyse d'une cigarette témoin.
- 14.5** Après chaque série de 20 injections, analyser un étalon afin de confirmer la validité de la courbe d'étalonnage. Si le résultat obtenu s'écarte de plus de 10 % de la valeur prévue, il faut répéter l'étape d'étalonnage et tracer une nouvelle courbe d'étalonnage.
- 14.6** La quantité de chaque analyte, en ng/cigarette, est calculée de la manière suivante :

---

Analyte (ng/cigarette) =  $\frac{\text{Quantité déterminée à partir de la courbe (ng/mL)} * \text{volume final (mL)}}{\text{Nombre de cigarettes}}$

*Nota* : Il n'y a pas de facteur de dilution, car la totalité de l'échantillon a été conservée à l'étape finale. Les échantillons et les étalons sont analysés de la même manière.

---

## 15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

### 15.1 Chromatogrammes typiques

15.1.1 Voir l'annexe.

### 15.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.2.1 Analyser un blanc de réactifs (BR) avec chaque série d'environ 20 échantillons. Le BR est constitué d'un tampon et de la solution d'extraction (100 mL de HCl à 5 %) dopée avec la solution d'étalon interne et est soumis à toutes les étapes de préparation des échantillons pour déterminer la présence d'amines aromatiques sur la verrerie ou dans les réactifs. Pour tous les analytes, les résultats du BR sont systématiquement ND (non détecté).

15.2.2 Analyser un blanc fortifié (BF) avec chaque série d'environ 20 échantillons. Une quantité connue de solution mère tertiaire est ajoutée à la solution dans une ampoule à décanter avec l'étalon interne pour dopage et est soumise à toutes les étapes, afin de déterminer si des amines aromatiques sont perdues au cours du traitement. Le taux de récupération du 2-aminonaphthalène et du 4-aminobiphényle est normalement de  $90 \pm 10$  %. Le taux de récupération du 1-aminonaphthalène est un peu plus faible (de 70 à 80 %), en raison de la nature plus volatile du 1-aminonaphthalène dérivatisé.

15.2.3 On peut analyser une matrice fortifiée (MF) afin d'évaluer les effets perturbants possibles de la matrice. On peut, avant l'extraction, diviser en deux un échantillon de cigarette témoin et traiter chaque moitié comme un échantillon séparé. Doper une des moitiés avec une quantité connue de la solution mère tertiaire, à un niveau correspondant à peu près à celui prévu dans l'échantillon. Les taux de récupération devraient être très proches de 100 %. Les taux de récupération obtenus normalement sont de :

98,4 % pour le 4-aminobiphényle  
96,8 % pour le 2-aminonaphthalène.

### 15.3 Limite de détection de la méthode (LDM) et limite de dosage (LDD)

15.3.1 Pour l'analyse par CG/SM, la limite de détection peut être définie par un pic dont le rapport signal/bruit (S/B) est de 3/1. On peut définir la limite de dosage par un rapport S/B de 10/1. Dans le cas du 4-aminobiphényle, la plus petite quantité d'étalon analysée est de 1 ng. Cette quantité produit un pic dont le rapport S/B est d'environ 20/1 et donne une LDM correspondante d'environ 0,08 ng/cigarette et une LDD d'environ 0,25 ng/cigarette pour le fumage de deux cigarettes.

### 15.4 Stabilité des réactifs et des échantillons

15.4.1 Conserver la solution d'étalon interne pour dopage dans un flacon ambre de 25 mL muni d'un bouchon et d'un septum recouvert de téflon. Utiliser une seringue étanche de 100 µL pour transférer l'étalon interne

---

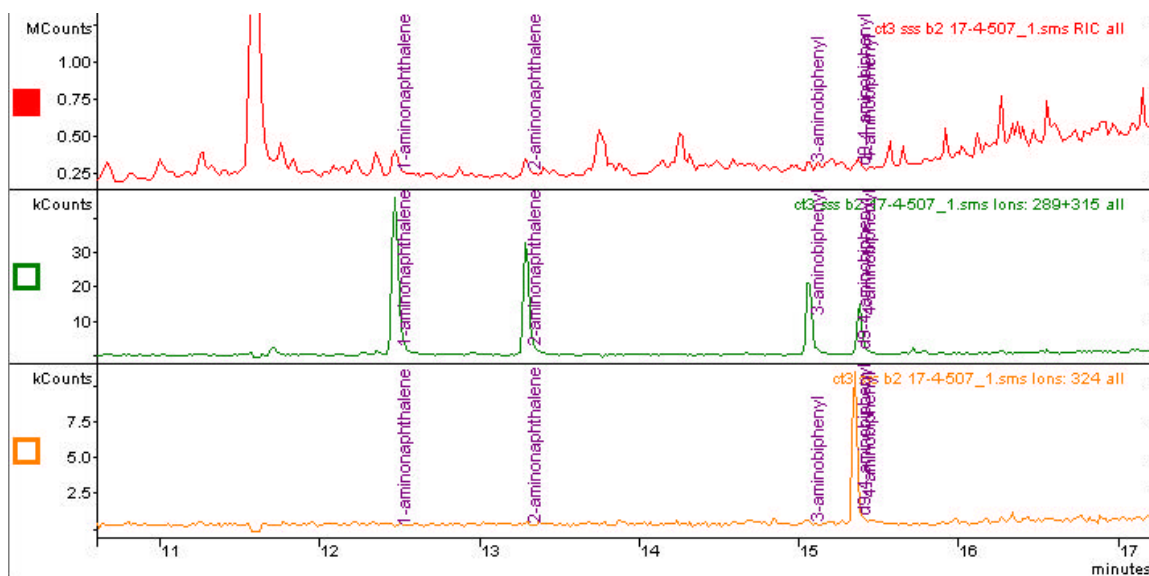
du flacon à l'ampoule à décanter. Ne pas toucher les parois de l'ampoule à décanter avec le bout de la seringue (pour éviter de contaminer l'étalon interne). Laver la seringue à l'hexane entre chaque analyse et remplacer le septum quotidiennement. Conserver l'étalon interne à 4 °C lorsqu'il n'est pas utilisé.

- 15.4.2** La stabilité des solutions mères et des étalons de travail de travail non dérivatisés ne pose apparemment aucun problème. Chaque semaine, dérivatiser 1 mL des étalons de travail et remplacer les septums rouges recouverts de téflon après chaque injection, afin de réduire au minimum les risques de contamination par le septum.
- 15.4.3** Les échantillons doivent être extraits au cours de la semaine qui suit leur production.
- 15.4.4** Parfois, les réponses obtenues avec les analytes (y compris les étalons internes) dans les étalons et les BF sont plus faibles que celles obtenues avec les échantillons et les MF. Selon une étude, il y aurait perte d'analyte lorsque les étalons ou les BF sont évaporés jusqu'à siccité dans l'évaporateur rotatif ou le turbo-évaporateur. Les échantillons ne semblent pas être affectés de la même manière, peut-être en raison de l'effet de « rétention » exercé par la matrice au cours des étapes d'élimination du solvant. Par mesure de précaution, les échantillons et les étalons ne sont jamais évaporés jusqu'à siccité.

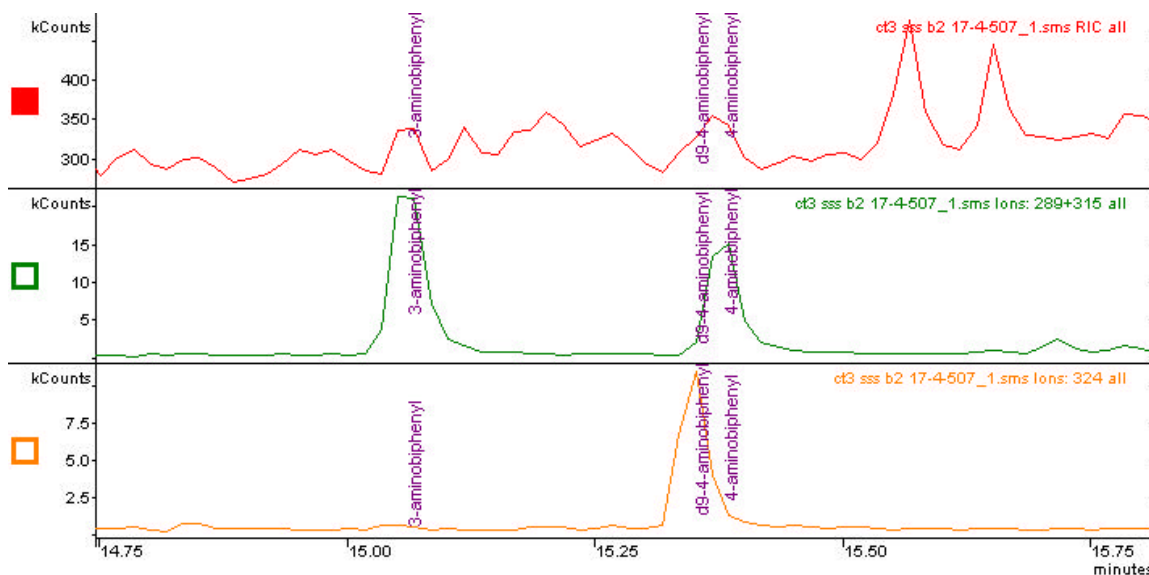
## 16 RÉFÉRENCES

- 16.1** Pieraccini, G., F. Luceri et G. Moneti, 1992. New Gas-Chromatographic/Mass-Spectrometric Method for the Quantitative Analysis of Primary Amines in Main- and Sidestream Cigarette Smoke. I. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 6, p. 406-409.

ANNEXES



**Figure 1 :** Chromatogrammes d'une cigarette témoin, courant ionique total, courant ionique pour les aminonaphthalènes (m/z 289), pour les aminobiphényles (m/z 315) et pour le D<sub>9</sub>-4-aminobiphényl (m/z 324).



**Figure 2 :** Partie agrandie de la Figure 1, montrant la résolution pour le D<sub>9</sub>-4-aminobiphényl et le 4-aminobiphényle.