

N° : T - 212
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 10

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode s'applique au prélèvement et au dosage du goudron et de la nicotine dans la fumée latérale.

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 D 1193-77, Standard Specifications for Reagent Water, Version 1977.

3 DÉFINITION

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

4 MÉTHODE

- 4.1 La présente méthode décrit l'analyse de routine de la fumée latérale de tabac à l'aide d'une chambre en Y de la British American Tobacco (BAT). La fumée latérale est toute la fumée émise à l'extrémité distale d'une cigarette allumée au cours du processus de combustion. Elle est recueillie à l'aide d'une chambre en verre, en forme de Y, placée au-dessus de la cigarette fumée, puis acheminée de manière contrôlée en vue de déterminer sa teneur en matière particulaire, en eau, en nicotine et en goudron.
- 4.2 Quatre cigarettes* conditionnées sont fumées sur chacun des canaux d'une machine à fumer linéaire automatisée à volume constant. La fumée latérale est piégée sur un disque (tampon) filtrant en fibre de verre. La matière particulaire totale (MPT), l'eau, la nicotine et le goudron dans la fumée latérale sont dosés conformément à la méthode T-115.

*Dans le cas d'autres produits de tabac, choisir un nombre de cigarettes tel que le filtre ne soit pas saturé.

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.

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 Porte-tampons pour fumée latérale.
- 5.5 Balance analytique précise à quatre décimales.
- 5.6 Chiffons antistatiques.
- 5.7 Petites pinces et gants pour transférer les tampons.
- 5.8 Flacons à sérum, de 50 mL, avec bouchons.
- 5.9 Dessiccateur.
- 5.10 Agitateur-secoueur à plateau, à régime constant.
- 5.11 Fioles jaugées – 10, 25 et 50 mL.
- 5.12 Pipettes jaugées, étanches aux gaz, de 100 à 1000 µL.
- 5.13 Appareil de chromatographie en phase gazeuse (HP), modèle 5890, avec détecteurs à ionisation de flamme (FID) et à conductivité thermique (TCD) et échantillonneur automatique 6890 (ou l'équivalent).
- 5.14 Système de collecte des données.
- 5.15 Colonne pour la détection de l'eau – 6' X 1/8 » d.e. (deux mètres x 3,2 mm d.e.), en acier inoxydable – Poropak type Q, 80-100 mesh.
- 5.16 Colonne pour la détection de la nicotine – 6' X 1/8 » d.e. (deux mètres X 3,2 mm d.e.), en acier inoxydable; 16 % Apiezon L, 2 % KOH, 2 % Carbowax 20M sur Chromosorb W : 80-100 mesh.
- 5.17 Spectrophotomètre UV – Spectronics Genesys 5 (ou appareil équivalent), avec cuves en quartz (parcours optique de 1 cm).
- 5.18 Pompes à vide (GAST ou l'équivalent).
- 5.19 Débitmètre (capacité de 15 mL).
- 5.20 Statif et pinces (un ensemble par chambre en Y).
- 5.21 Impacteurs – de 70 mL, sans frittés.
- 5.22 Tubes en Tygon.
- 5.23 Briquet électrique.
- 5.24 Poire en caoutchouc.
- 5.25 Chambre en forme de Y.
- 5.26 Flacons pour scintillation (10 mL) avec bouchons revêtus d'aluminium.
- 5.27 Tubes pour culture (15 mL), à bouchons à vis en plastique.
- 5.28 Entonnoirs en verre – 75 mm d.i., tige courte.
- 5.29 Support pour rinçage.
- 5.30 Pipette (200 µL-1000 µL), pipette (1 – 5 mL).

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Isopropanol.
- 6.2 Méthanol.
- 6.3 Anéthole (pureté d'au moins 99 %).
- 6.4 Nicotine (pureté d'au moins 98 %).
- 6.5 Eau de type I – conforme à la norme D1193 de l'ASTM.
- 6.6 Disques-filtrants en fibre de verre, 44 mm de diamètre, contenant au plus 5 % de liant de type acrylique.
- 6.7 Flacons pour autoéchantillonneur, ambres, avec bouchons garnis de septums en caoutchouc.
- 6.8 Seringues jetables – 5 mL.
- 6.9 Filtres-seringues, 0,45 µm, 25 mm de diamètre.
- 6.10 Parafilm® ou équivalent.
- 6.11 Pointes de pipettes jetables.

6.12 Flacons laveurs.

6.13 Argon.

7 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

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

8 PRÉPARATION DES SOLUTIONS

8.1 Préparation de la solution d'extraction

8.1.1 Préparer la solution d'extraction conformément à la méthode T-115.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Préparer les étalons conformément à la méthode T-115.

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

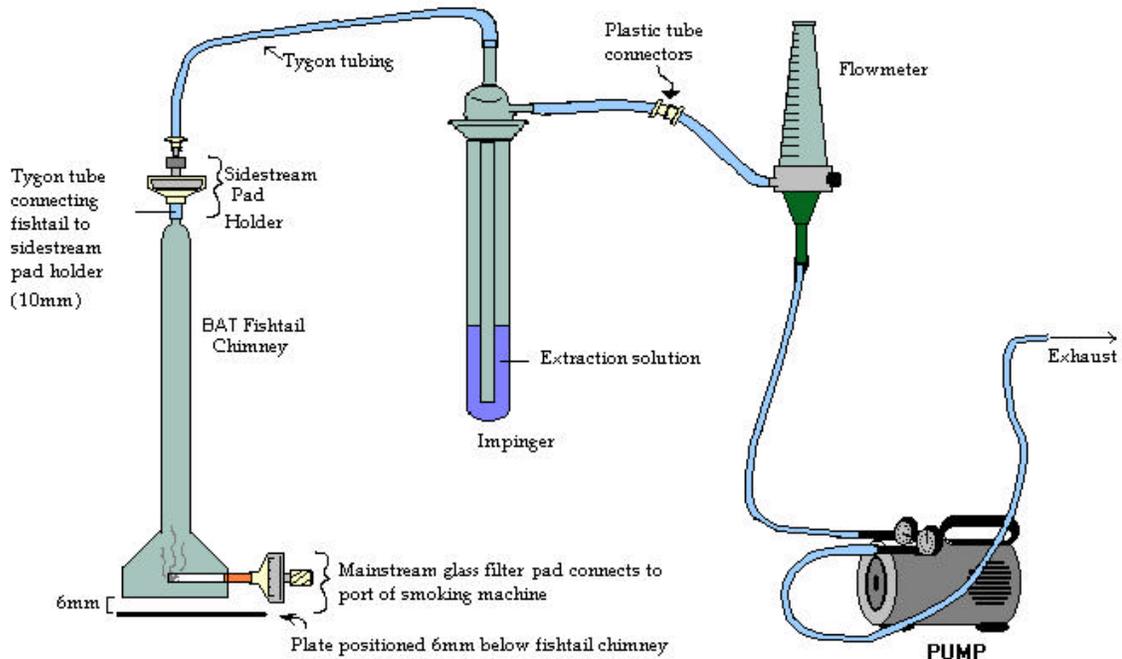
12.1 Conditions ambiantes

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 (avec les modifications suivantes) :

12.2.2 Monter le circuit de fumée latérale de la manière indiquée ci-après.



BAT Fishtail Chimney (see Figure 2) : chambre en Y BAT (voir Figure 2)

Mainstream Pad connects to port of smoking machine : tampon-filtre pour fumée principale de tabac, relié à un canal de la machine à fumer

Plate positioned 6 mm below Fishtail : plaque située à 6 mm sous la chambre en Y

Tygon tube connecting fishtail to sidestream pad holder (10 mm) : tube en tygon reliant la chambre au porte-tampon (10 mm)

Sidestream pad holder : porte-tampon pour fumée latérale

Tygon tubing : tubes en tygon

70 mL impingers : impacteurs de 70 mL

Extraction solution : solution d'extraction

Plastic tube connectors : raccords en plastique

Flowmeter : débitmètre

Exhaust : évacuation

PUMP : POMPE

Exhaust : évacuation

FIGURE 1b : CIRCUIT DE FUMÉE LATÉRALE À DEUX IMPACTEURS

- 12.2.3 Transvider précisément 30 mL de la solution d'extraction dans chacun des impacteurs.
- 12.2.4 Fixer les porte-tampons pour fumée latérale au sommet de la chambre en Y.
- 12.2.5 Régler le débitmètre à 3 L/minute.
- 12.2.6 Insérer la cigarette dans le porte-cigarette pour fumée du courant principal.

Nota : Avant d'allumer la cigarette, abaisser la chambre en Y jusqu'à la position de fumage. Régler l'alignement de la chambre et de la cigarette pour que la cigarette ne touche pas à la chambre. Relever la chambre et débiter l'analyse.

- 12.2.7 Entreprendre l'analyse en mesurant l'intervalle entre les bouffées.
- 12.2.8 Après 30 secondes, mettre en marche la pompe à vie.
- 12.2.9 Après 51 secondes, allumer la cigarette avec le briquet. Retirer immédiatement le briquet lorsque la première bouffée a été tirée.
- 12.2.10 Mettre en place la plaque sous la cigarette.
- 12.2.11 Abaisser la chambre en Y sur la cigarette, jusqu'à ce qu'elle soit à environ 6 mm de la plaque.
- 12.2.12 Fumer la cigarette jusqu'à la longueur de mégot indiquée.
- 12.2.13 Relever la chambre en Y et éteindre la cigarette à l'aide d'une petite pince.
- 12.2.14 Laisser la pompe fonctionner pendant encore 30 secondes pour entraîner toute fumée résiduelle jusqu'au filtre pour fumée latérale.
- 12.2.15 Retirer le mégot.
- 12.2.16 Répéter la séquence de fumage pour les autres cigarettes.

Nota : Cette analyse requiert le fumage de quatre cigarettes. En raison de la teneur élevée en MPT de la fumée latérale, seule la fumée des deux premières cigarettes est piégée sur le tampon pour fumée latérale. Retirer le porte-filtre pour fumée latérale une fois la deuxième cigarette fumée, le peser pour déterminer la MPT et transférer le tampon dans un flacon à sérum de 50 mL. Insérer un nouveau tampon dans le porte-filtre pour fumée latérale et poursuivre la série d'analyses. Jeter le deuxième tampon à la fin de la série d'analyses. Si l'on sait, par expérience, que la quantité de MPT de la fumée latérale est très faible, on peut fumer quatre cigarettes et utiliser un seul tampon.

13 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

13.1 Extraction des tampons (fumée latérale)

- 13.1.1 Après fumage de deux cigarettes, retirer le porte-filtre pour fumée latérale de la machine à fumer et le peser pour déterminer la MPT.
- 13.1.2 Enfiler des gants, ouvrir le porte-filtre et, à l'aide de pincettes propres, plier le tampon en quatre, en s'assurant que la surface recouverte de MPT soit à l'intérieur.
- 13.1.3 Essuyer la surface interne du porte-filtre avec la partie propre du tampon, puis déposer celui-ci (la surface recouverte de MPT vers le haut) dans un flacon à sérum de 50 mL séché au dessiccateur et étiqueté.

- 13.1.4 Préparer trois blancs pour chaque série d'analyses. Placer un tampon conditionné dans chacun des trois flacons à sérum de 50 mL séchés au dessiccateur et les traiter comme s'il s'agissait d'échantillons.
- 13.1.5 Ajouter 20 mL de la solution d'extraction dans chaque flacon à sérum et les fermer avec un bouchon de caoutchouc.
- 13.1.6 Agiter les flacons pendant 45 minutes sur un agitateur-secoueur à plateau.
- 13.1.7 Rincer deux flacons de l'échantillonneur automatique avec une portion de chaque flacon à sérum, puis les remplir, les boucher et les étiqueter (n° de série d'analyses, n° du canal, A ou B). Insérer les flacons A sur le plateau de l'échantillonneur automatique du GC en vue de les analyser.
- 13.1.8 Conserver les flacons B à l'abri de la lumière et les utiliser au besoin.
- 13.1.9 Filtrer une portion du produit d'extraction du tampon pour fumée latérale dans un flacon, à l'aide d'une seringue et d'un filtre. Conserver jusqu'à l'étape du dosage du goudron avec le spectrophotomètre.

13.2 Rinçage de la chambre en Y

- 13.2.1 Une fois la série d'analyses terminée, dégager la chambre en Y des pinces qui la retiennent au statif et la mettre à l'envers sur un support de rinçage.
- 13.2.2 Placer une fiole jaugée de 50 mL sous la chambre.
- 13.2.3 Placer un entonnoir en verre dans la fiole jaugée.
- 13.2.4 À l'aide d'un flacon laveur contenant la solution d'extraction, rincer la chambre en Y en récupérant les liquides de rinçage dans la fiole jaugées.
- 13.2.5 Compléter au trait avec la solution d'extraction, boucher la fiole et bien agiter.
- 13.2.6 Décanter la solution dans deux flacons (A et B) pour l'analyse CG; ces flacons serviront au dosage de la nicotine.
- 13.2.7 Verser la solution restante dans des flacons à scintillation. Conserver jusqu'à l'étape du dosage du goudron avec le spectrophotomètre.

13.3 Solution de piégeage

- 13.3.1 Rincer les tubes en tygon avec la solution de piégeage et verser dans une fiole jaugée de 50 mL.
- 13.3.2 Rincer l'impacteur et les tubes avec deux portions de 5 mL de la solution d'extraction et transvider dans la fiole.
- 13.3.3 Compléter au trait avec la solution d'extraction, boucher la fiole et bien agiter.

13.3.4 Décanter la solution dans deux flacons (A et B) pour l'analyse CG; ces flacons serviront au dosage de la nicotine.

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

14.1 Analyse par GC

14.1.1 Conditions typiques du GC :

Température du four	190 °C
Température du système d'injection	230 °C
Température du détecteur	230 °C
Gaz vecteur	Hélium purifié; pression de 60 lb/po ²

Débits

FID :	Débit dans la colonne	20 mL/minute
	Colonne + hydrogène	60 mL/minute
	Colonne + air + hydrogène	350 mL/minute

TCD :	Débit dans la colonne	20 mL/minute
	Colonne + référence	30 mL/minute.

14.1.2 Injecter 2 µL de chaque étalon et de l'échantillon dans le CG pour doser la nicotine. L'eau est dosée seulement dans les extraits des tampons pour fumée latérale.

14.2 Analyse par spectrophotométrie

14.2.1 Mettre le spectrophotomètre en marche et régler la longueur d'onde à 310 nm.

14.2.2 Régler le zéro du spectrophotomètre à l'aide d'une cuve contenant un "blanc" constitué de la solution d'extraction.

14.2.3 Mesurer et noter l'absorbance du produit d'extraction du tampon pour fumée latérale et des liquides de rinçage de la chambre en Y. Au besoin, diluer la solution d'extraction de manière à ce que l'absorbance de chaque solution soit dans la plage de 0,2 - 0,8. Noter toutes les dilutions effectuées afin de les incorporer aux calculs finals.

Nota : Les dilutions typiques vont 0,25 - 0,50 mL jusqu'à 10 mL, pour le produit d'extraction du tampon pour fumée latérale, et de 2,5 - 5,0 mL jusqu'à 10 mL pour les liquides de rinçage de la chambre en Y.

14.3 Calculs

14.3.1 Courbe d'étalonnage

14.3.2 Après la préparation de chaque nouvelle solution d'extraction, ré-étalonner le CG pour déterminer les nouvelles pentes et les nouvelles valeurs de l'ordonnée à l'origine pour les calculs pour l'eau et la nicotine, et pour détecter toute variation dans le fonctionnement du CG. Préparer de nouvelles solutions-mères et de nouveaux étalons pour tout nouvel étalonnage.

14.4 Exemples de calculs

14.4.1 MPT (tampon pour fumée latérale)

$MPT (mg/cig.) = [Porte-filtre_{avant} (g) - Porte-filtre_{après} (g)] \times 1000 (mg/g) / 2 (cigarettes)$.

Nota : Le nombre de cigarettes peut aussi être de quatre pour les marques dont la teneur en MPT de la fumée latérale est très faible.

14.4.2 Eau (tampon pour fumée latérale)

Calculer les concentrations d'eau à l'aide de la courbe d'étalonnage; rapporter ces valeurs en mg/cigarette. Doser l'eau des trois blancs à l'aide de cette même courbe d'étalonnage. Soustraire la valeur moyenne des trois blancs des résultats obtenus pour cette série d'analyses.

14.4.3 Nicotine (tampon pour fumée latérale, liquides de rinçage de la chambre en Y et solution de piégeage)

Calculer les concentrations de nicotine à l'aide de la courbe d'étalonnage; rapporter ces valeurs en mg/cigarette.

14.4.4 Goudron (tampon pour fumée latérale)

Déterminer la teneur en goudron, pour chaque analyse, à l'aide de l'équation suivante :

Goudron (mg/cigarette) = MPT - nicotine – eau.

14.4.5 Goudron (liquides de rinçage de la chambre en Y)

Déterminer la teneur en goudron dans les liquides de rinçage de la chambre en Y, à l'aide de l'équation suivante :

Goudron CY (mg/cigarette) = (goudron FL X Abs CY X FD CY) / (Abs FL X FD FL).

où :

- Goudron FL* est la valeur obtenue pour le tampon pour fumée latérale.
- Abs CY* est l'absorbance des liquides de rinçage de la chambre en Y.
- FD CY* est le facteur de dilution des liquides de rinçage de la chambre en Y.
- Abs FL* est l'absorbance du produit d'extraction du tampon pour fumée latérale.
- FD FL* est le facteur de dilution du produit d'extraction du tampon pour fumée latérale.

14.4.6 Goudron et nicotine dans la fumée latérale

Calculer les concentrations de goudron total et de nicotine totale dans la fumée latérale, à l'aide des équations suivantes :

Goudron FL (mg/cigarette) = goudron tampon-FL + goudron CY

Nicotine FL (mg/cigarette) = nic. tampon-FL + nic. CY + nic. impacteur

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.1.1 Les blancs de réactifs (BR) sont utilisés pour déterminer le niveau de contamination par l'eau et la nicotine des réactifs (et de la verrerie et des tampons). La nicotine est généralement « non détectée » (ND) dans ces blancs, mais il y a toujours une certaine quantité d'eau due à la présence d'eau dans la solution d'extraction et dans les tampons conditionnés.

15.1.2 Les blancs fortifiés (BF) sont utilisés pour évaluer l'importance des pertes possibles d'analytes au cours de l'extraction. Les utiliser si la validité des résultats est mise en doute.

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

Analyser un produit ayant une faible teneur en analyte ou l'étalon le moins concentré. Déterminer l'écart-type. La LDM est égale à trois fois l'écart-type. La LDD est égale à 10 fois l'écart-type.

15.3 Stabilité des réactifs et des échantillons

15.3.1 La solution d'extraction est stable mais l'eau peut la contaminer avec le temps. Afin de s'assurer de la stabilité de l'étalonnage par la nicotine, préparer de nouveaux étalons, pour la nicotine et l'eau, une fois par semaine.

16 MODIFICATIONS POUR DES CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

16.1 Dans des conditions intenses de fumage, fumer deux cigarettes par canal.

17 RÉFÉRENCES

17.1 Proctor, C.J., Martin, C., Beven, J.L. et Dymond H.F., 1988. Evaluation of an Apparatus Designed for the Collection of Sidestream Tobacco Smoke, *Analyst* 113: p. 1509-1513.

17.2 Cigarettes - Échantillonnage, *ISO 8243:1991*.

17.3 Tabac et produits du tabac – Atmosphère de conditionnement et d'essai, *ISO 3402:1991 (E)*.

17.4 Machine à fumer analytique de routine pour cigarettes – Définitions et conditions normalisées, *ISO 3308:1991 (E)*.

17.5 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 4387:1991 (E)*.

17.6 Cigarettes – Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée – Méthode par chromatographie en phase gazeuse *ISO 10315:1991 (E)*.

-
- 17.7** Cigarettes – Dosage de l'eau dans les condensats de fumée –
Partie 1 : Méthode par chromatographie en phase gazeuse *ISO 10362-1:1991*
(E).
- 17.8** Cigarettes - Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarette
smoke - NDIR method, *International Standard Reference Number ISO*
8454:1995 (E).