

N° : T - 213
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 9

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode s'applique à la séparation et au dosage du 1,3-butadiène, de l'isoprène, de l'acrylonitrile, du benzène, du toluène et du styrène (« substances volatiles ») dans la fumée latérale.

2 MÉTHODE APPLICABLE

- 2.1 Méthode d'analyse T-115 de Santé Canada : Dosage du « goudron », de l'eau, de la nicotine et du monoxyde de carbone (CO) dans la fumée principale de tabac.

3 DÉFINITION

- 3.1 Pour une définition des termes utilisés dans le présent document, se reporter à la méthode T-115, 1999-12-31.

4 RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE

- 4.1 Cette méthode permet d'analyser la fumée latérale de tabac à l'aide d'un circuit comprenant une chambre en Y. La fumée latérale est toute la fumée émise par la partie allumée de la cigarette lors de sa combustion. La chambre en Y en verre est placée au-dessus de la cigarette allumée et achemine la fumée dans une direction déterminée en vue d'en doser les constituants.
- 4.2 La fumée latérale de deux cigarettes* est entraînée dans la chambre en Y, puis dans un tampon filtrant en fibre de verre, qui sert ensuite à déterminer la quantité de MPT dans la fumée latérale. La phase gazeuse est acheminée dans deux impacteurs de 70 mL contenant chacun du méthanol. Le premier impacteur est à la température ambiante, alors que le deuxième est maintenu à une température de - 70 °C ou moins dans un bain d'isopropanol et de glace carbonique. Les solutions contenues dans les impacteurs sont réunies, dopées avec du D₆-benzène, puis injectées dans un système de CG/SM en vue du dosage.

*Pour l'analyse d'autres produits du tabac, choisir un nombre de produits tel que les filtres pourront piéger toute la matière solide.

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 Balance d'analyse précise à au moins quatre décimales.
 - 5.5 Pompes à vide (GAST ou l'équivalent).
 - 5.6 Débitmètre Victor ou l'équivalent.
 - 5.7 Chambre en Y BAT (British American Tobacco) montée sur un statif.
 - 5.8 Tubes en tygon.
 - 5.9 Impacteurs de 70 mL, en verre, avec frittés très grossiers.
 - 5.10 Fioles jaugées de 10, 25, 50 et 100 mL.
 - 5.11 Pipettes jaugées ou seringues étanches dans la plage de 100 à 1 000 µL.
 - 5.12 Flacons à bouchons à vis, pour échantillonneur automatique, avec bouchons munis d'un septum recouvert de téflon.
 - 5.13 Système Saturn I de CG/SM de Varian, comprenant un échantillonneur automatique 8100 et un CG 3400 muni d'un injecteur 1077 avec/sans diviseur de débit et d'un détecteur à piège à ions (ou l'équivalent).
 - 5.14 Colonne DB-5MS de J&W Scientific, 60 m X 0,32 mm X 1 µm (ou l'équivalent), avec ligne de transfert en silice fondue désactivée, de 1 m X 0,25 mm.
 - 5.15 Vases Dewar.
 - 5.16 Pipettes Pasteur.
 - 5.17 Mélangeur vortex.
 - 5.18 Thermomètre (de - 100 °C à + 40 °C).
 - 5.19 Spectrophotomètre.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Glace carbonique.
- 6.2 Propan-2-ol.
- 6.3 Méthanol (distillé en verre).
- 6.4 Alcool de qualité réactif (distillé en verre).
- 6.5 D₆ - Benzène – renfermant au moins 99 % de l'espèce deutérée.
- 6.6 1,3-Butadiène.
- 6.7 Isoprène.
- 6.8 Acrylonitrile.
- 6.9 Benzène.
- 6.10 Toluène.
- 6.11 Styrène.

7 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

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

8 PRÉPARATION DES ÉTALONS

- 8.1 Préparation des étalons (sauf l'étalon de 1,3-butadiène)

- 8.1.1 Préparer cinq étalons primaires en pesant précisément 100 µL d'isoprène, d'acrylonitrile, de benzène, de toluène et de styrène dans cinq fioles jaugées de 10 mL. Compléter avec du méthanol, puis bien mélanger.
- 8.1.2 Préparer un étalon secondaire mixte en transférant une portion appropriée de chacun des étalons primaires dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec du méthanol, puis bien mélanger.
- 8.1.3 Préparer une solution de D₆-benzène en transférant le contenu d'une ampoule de 1 g dans une fiole jaugée de 10 mL. Compléter avec du méthanol, puis bien mélanger.
- 8.1.4 Préparer un étalon interne de dopage en diluant 4 mL de la solution ci-dessus jusqu'à 100 mL avec du méthanol; bien mélanger. Conserver des portions de cette solution de dopage à -20 °C dans des fioles de 25 mL munies de bouchons recouverts de téflon.
- 8.1.5 Préparer cinq solutions d'étalonnage en ajoutant 100 µL de solution étalon interne de dopage dans cinq fioles jaugées de 10 mL. Rincer les parois avec du méthanol, puis ajouter des portions appropriées d'étalon secondaire dans chaque fiole. Compléter avec du méthanol, puis bien mélanger.
- 8.1.6 Transférer les solutions dans une série de flacons pour échantillonneur automatique munis d'une étiquette et d'un septum recouvert de téflon; conserver ces flacons à - 20 °C jusqu'au moment de les utiliser.

Nota : N'utiliser chaque flacon qu'une seule fois.

8.2 Préparation des étalons de 1,3-butadiène

- 8.2.1 Relier l'une des extrémités d'un tube en tygon au robinet de la bouteille de 1,3-butadiène, et l'autre extrémité à une pipette Pasteur; plonger la pointe de la pipette Pasteur dans une fiole jaugée de 100 mL contenant du méthanol jusqu'à la base du col. Ouvrir le robinet et laisser barboter doucement le 1,3-butadiène dans le méthanol pendant environ cinq minutes. Compléter avec du méthanol et bien mélanger.
- 8.2.2 À l'aide d'une pipette, prélever 1 mL de cette solution primaire et mettre dans une fiole jaugée propre de 100 mL; compléter avec du méthanol et bien mélanger. Cette solution constitue la solution étalon secondaire.
- 8.2.3 **Détermination de la concentration de la solution étalon secondaire**
 - 8.2.3.1 À l'aide d'une pipette, prélever 1 mL de solution étalon secondaire et mettre dans une fiole jaugée de 100 mL; compléter avec du méthanol et bien mélanger.
 - 8.2.3.2 À l'aide d'un spectrophotomètre, mesurer l'absorbance de la solution à 217 nm en utilisant de l'alcool de qualité réactif comme blanc. Faire les dilutions appropriées pour que l'absorbance (A) se situe dans la plage de 0,2 - 0,6.

8.2.3.3 Calculer la concentration de la solution étalon secondaire à l'aide de l'équation ci-après :

$$\text{Conc. } (\mu\text{g/mL}) = \frac{A}{20\ 893\ \text{L/mole}} \times 54\ \text{g/mole} \times \frac{1000\ \text{mg/g}}{1000\ \text{mL/L}} \times \frac{100\ \text{mL}}{1\ \text{mL}} \times 1000\ \mu\text{g/mg}$$

8.2.4 Lorsque la concentration de la solution étalon secondaire a été déterminée, préparer un minimum de quatre solutions d'étalonnage dont les concentrations correspondent aux concentrations prévues (en général, dans la plage de cinq à 50 $\mu\text{g/mL}$).

8.2.5 Ajouter 100 μL de solution étalon interne dans chacune des fioles jaugées de 10 mL. Ajouter aussi une portion appropriée de solution étalon secondaire; compléter avec du méthanol.

8.2.6 Transférer les solutions dans une série de flacons pour échantillonneur automatique munis d'une étiquette et d'un bouchon à septum recouvert de téflon; conserver à $-20\ ^\circ\text{C}$ jusqu'au moment de les utiliser.

Nota : N'utiliser chaque flacon qu'une seule fois.

9 ÉCHANTILLONNAGE

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

10 PRÉPARATION DES PRODUITS DU TABAC

10.1 Le conditionnement des produits doit être effectué conformément à la méthode T-115.

10.2 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.

10.3 Les cigarettes à être fumées dans des conditions intenses doivent être préparées conformément à la méthode T-115.

11 PRÉPARATION DE LA MACHINE À FUMER

11.1 Conditions ambiantes

11.1.1 Les conditions ambiantes de fumage doivent être celles décrites dans la méthode T-115.

11.2 Conditions relatives à la machine à fumer

11.2.1 Les conditions relatives à la machine à fumer doivent être celles décrites dans la méthode T-115 (avec les modifications suivantes).

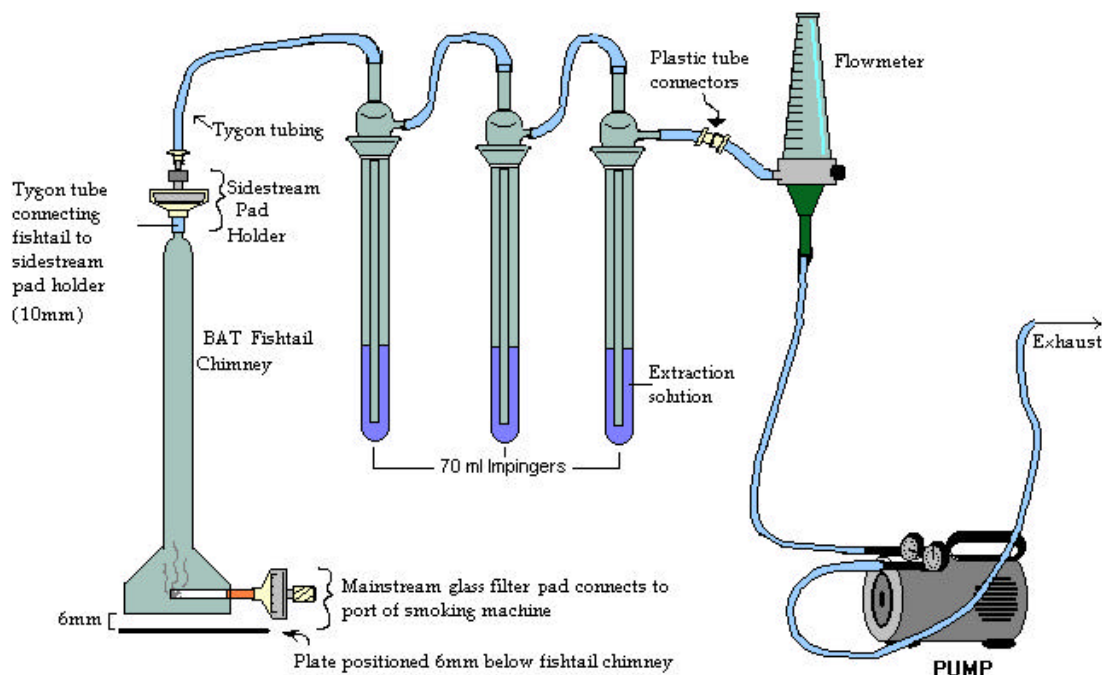


FIGURE 1b: SIDESTREAM APPARATUS USING THREE IMPINGERS

BAT Fishtail Chimney : chambre en Y BAT

Mainstream glass filter pad connects to port of smoking machine : tampon filtrant en fibre de verre pour fumée principale de tabac, relié à un canal de la machine à fumer

Plate positionned 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

Pump : pompe

Exhaust : évacuation

12 PRODUCTION D'ÉCHANTILLONS

- 12.1 Procéder au fumage en utilisant de quatre à huit canaux de la machine à fumer linéaire à 20 canaux. Prélever la fumée latérale dans la chambre en Y montée au-dessus de la cigarette.
- 12.2 Insérer le porte-tampon pour fumée principale de tabac, muni d'un tampon, dans le canal approprié de la machine à fumer.
- 12.3 Préparer les impacteurs en ajoutant 10 mL de méthanol dans le premier impacteur et 20 mL de méthanol dans le deuxième et le troisième impacteurs.

-
- 12.4** Plonger le deuxième et le troisième impacteur dans un bain d'isopropanol et de glace carbonique (température de -70 °C ou moins), le premier impacteur restant à la température ambiante.
- Nota* : Le premier impacteur est laissé à la température ambiante en raison de la grande quantité d'eau présente dans la fumée latérale, qui se retrouve gelée dans le bain d'isopropanol et de glace carbonique.
- 12.5** Mettre le porte-tampon pour fumée latérale en place à la partie supérieure de la chambre en Y, puis le relier à trois impacteurs montés en série. Relier le tube du dernier impacteur au débitmètre. Relier le débitmètre à la pompe à vide.
- 12.6** Mettre la pompe en marche (débit de 2 L/minute) juste avant d'allumer la cigarette. Allumer la cigarette et commencer à compter les bouffées.
- 12.7** Abaisser la chambre à sa position minimum. La cigarette ne doit pas toucher à la chambre. Placer la chambre à environ 6 mm de la plaque.
- 12.8** Fumer la cigarette jusqu'à la longueur de mégot préalablement marquée. Retirer le mégot et, au besoin, le mettre de côté. Après fumage de la cigarette jusqu'à la longueur de mégot prévue, laisser la pompe en marche environ 20 secondes pour aspirer toute la fumée contenue dans la chambre en Y. Mettre la chambre à sa position maximum et arrêter la pompe.
- 12.9** Fumer la seconde cigarette de la même manière.
- 12.10** Après fumage de deux cigarettes par canal, retirer les porte-filtres pour fumée principale de tabac et pour fumée latérale et noter leurs poids sur la feuille de résultats pour calculer la quantité de MPT dans la fumée principale de tabac et dans la fumée latérale. Déterminer la quantité de matière particulaire totale (MPT) conformément à la méthode T-115. Utiliser les données sur la MPT dans la fumée principale de tabac et la fumée latérale pour caractériser les échantillons et surveiller le processus de fumage.

13 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

- 13.1** Immédiatement après la fin du fumage, réunir les solutions contenues dans les trois impacteurs et les doper avec 500 µL de solution étalon interne. Agiter sur le mélangeur vortex pendant environ 10 secondes.
- 13.2** Décanter des portions de solution provenant de chaque impacteur dans deux flacons pour échantillonneur automatique munis d'une étiquette. Remplir chaque flacon jusqu'à la base du col et boucher avec un septum recouvert de téflon. NE PAS TROP REMPLIR LES FLACONS.
- 13.3** Conserver les échantillons à -20 °C jusqu'à 48 heures avant l'analyse.
- 13.4 Analyse instrumentale : Conditions du CG/SM**
- | | |
|------------------------------|--|
| Température de l'injecteur : | 220 °C |
| Température de la colonne : | 35 °C pendant cinq minutes puis 20 °C par minute jusqu'à 225 °C, maintenir six minutes |

Pression dans la colonne : 13 lb/po²
Température de la ligne de transfert : 240 °C
Température du collecteur : 240 °C.

- 13.5** Injecter 1 µL de solution méthanolique dans le CG/SM, qui est utilisé en mode à débit divisé (30 mL/minute).
- 13.6** Utiliser le CG/SM en mode pleine échelle (de 50 à 200 uma). Pour le dosage, mesurer l'aire sous les pics correspondant aux ions suivants :

| | |
|---------------|-------|
| 1,3-Butadiène | 51+52 |
| Isoprène | 67 |
| Acrylonitrile | 52 |
| Benzène | 78 |
| D6-Benzène | 84 |
| Toluène | 91 |
| Styrène | 104. |

Nota : Ces masses ont été choisies, car elles correspondent à la meilleure réponse (c.-à-d., pic de base) et permettent d'éviter toute perturbation possible par des pics correspondant à des ions similaires. Les ions utilisés pour le dosage peuvent varier selon la configuration de l'appareil.

14 CALCULS

14.1 Courbe d'étalonnage

14.1.1 Obtenir une courbe d'étalonnage au début de chaque série d'analyses ou « projet ». Injecter chaque solution étalon une fois et créer un fichier d'étalonnage à l'aide de la méthode de dosage de l'étalon interne disponible avec le logiciel du système Saturn.

14.1.2 Analyser un étalon de vérification à tous les 20 échantillons et au moins un par série d'analyses. Traiter cet étalon comme un échantillon et comparer la valeur mesurée à la valeur prévue. Si l'écart entre la valeur mesurée et la valeur prévue est supérieur à 10 %, prendre les mesures suivantes :

14.1.2.1 Préparer de nouveaux étalons et les utiliser comme étalons de vérification.

14.1.2.2 Si l'écart entre la valeur mesurée et la valeur prévue est égal ou inférieur à 10 %, jeter la première série d'étalons et utiliser la nouvelle série. L'étalonnage est toujours valide.

14.1.2.3 Si l'écart entre la valeur mesurée et la valeur prévue est supérieur à 10 %, l'étalonnage n'est plus valide; il faut alors préparer une nouvelle courbe d'étalonnage.

14.2 Calcul de la concentration

14.2.1 Utiliser le logiciel accompagnant le système CG/SM pour obtenir des résultats pour chaque analyte à partir de la concentration des solutions

étalons. Les résultats sont exprimés en µg/mL. Utiliser la formule suivante pour calculer les résultats finals.

$$\text{Analyte } (\mu\text{g/cigarette}) = \frac{\text{conc. d'analyte dans l'échantillon } (\mu\text{g/mL}) \times \text{volume (mL)}}{\text{nombre de cigarettes}}$$

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.1.1 Pour déterminer l'efficacité de piégeage, on peut analyser le contenu des trois impacteurs séparément. Déterminer la quantité de chaque analyte dans chaque impacteur et signaler les résultats en pourcentage du total.

15.1.2 Analyser des blancs de réactifs (BR) à tous les 20 échantillons. De temps en temps, il y a de petites quantités de toluène dans le méthanol; en présence d'une telle contamination, suivre de près la situation. Il n'est pas nécessaire d'analyser un blanc fortifié (BF), car, dans le présent cas, les échantillons ne font l'objet d'aucune préparation.

15.1.3 On peut utiliser un blanc de fumage au lieu d'un blanc de réactifs (BR) pour déterminer l'importance de la contamination dans les réactifs et dans l'air de la salle de fumage. Pour ce faire, procéder à une série d'analyses en tirant le même nombre de bouffées que celui prévu dans le cas d'une cigarette témoin, mais sans utiliser de cigarette.

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

15.2.1 La LDM est définie comme étant la concentration correspondant à un rapport signal/bruit de 3/1. La LDD est définie comme étant la concentration correspondant à un rapport signal/bruit de 10/1. En raison de différences chromatographiques et de l'effet du solvant sur le pic du 1,3-butadiène, la LDM et la LDD sont différentes pour chaque analyte. Voici les valeurs estimées de la LDM et de LDD :

| | LDM | LDD |
|---------------|------|-----|
| 1,3-Butadiène | 0,3 | 1 |
| Isoprène | 0,05 | 0,2 |
| Acrylonitrile | 0,3 | 1 |
| Benzène | 0,05 | 0,2 |
| Toluène | 0,05 | 0,2 |
| Styrène | 0,05 | 0,2 |

Nota : La colonne DB-5 utilisée dans cette méthode n'est pas la meilleure qui soit pour le dosage de l'acrylonitrile. Elle donne un pic de forme médiocre, ce qui se traduit par une LDM et une LDD beaucoup plus élevées pour cet analyte. Une colonne plus polaire serait mieux adaptée à l'acrylonitrile. Toutefois, dans le plupart des cas, les limites de détection sont acceptables pour les matrices auxquelles s'applique cette méthode.

15.3 Stabilité des réactifs et des échantillons

- 15.3.1** Les étalons de mélanges de substances volatiles sont stables pendant au moins une semaine s'ils sont conservés à -20 °C. Une fois le septum percé, l'isoprène s'évapore rapidement. Chaque flacon n'est donc utilisé qu'une seule fois.
- 15.3.2** Les étalons de 1,3-butadiène sont stables pendant environ une semaine s'ils sont conservés à -20 °C. Une fois le septum percé, le flacon est jeté.
- 15.3.3** Il faut préparer de nouvelles solutions mères de substances volatiles au début de chaque projet. On peut conserver ces solutions de travail au congélateur pendant au moins deux semaines.
- 15.3.4** L'acrylonitrile, le benzène, le toluène et le styrène sont nettement moins volatils que le 1,3-butadiène et l'isoprène, et les solutions mères de ces substances sont stables pendant un mois au maximum si elles sont conservées à -20 °C.
- 15.3.5** La solution étalon secondaire de 1,3-butadiène peut être réutilisée presque indéfiniment, car on détermine sa concentration chaque fois que l'on prépare des étalons de travail.
- 15.3.6** Les échantillons sont stables à -20 °C pendant 48 heures au maximum, si le septum n'a pas été percé. Il faut préparer au moins deux flacons pour chaque échantillon, car le flacon, une fois son septum percé, est jeté.

16 RÉFÉRENCES

- 16.1** Byrd, G.D., K.W. Fowler, R.D. Hicks, M.E. Lovette et M.F. Borgerding, 1990. Isotope dilution gas chromatography-mass spectrometry in the determination of benzene, toluene, styrene and acrylonitrile in mainstream cigarette smoke. *J. Chromat.*, 503, p. 359-368.
- 16.2** Brunnemann, K.D., M.R. Kagan, J.E. Cox et D. Hoffmann, 1990. Analysis of 1,3-butadiene and other selected gas-phase components in cigarette mainstream and sidestream smoke by gas chromatography-mass selective detection. *Carcinogenesis*, 11, p. 1863-1868.
- 16.3** Brunnemann, K.D., M.R. Kagan, J.E. Cox et D. Hoffmann, 1989. Determination of benzene, toluene and 1,3-butadiene in cigarette smoke by GC-MSD. Analysis of 1,3-butadiene and other selected gas-phase components in cigarette mainstream and sidestream smoke by gas chromatography-mass selective detection. *Exp. Pathol.*, 11, p. 108-113.