

N° : T - 211
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 23

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode décrit l'extraction et l'analyse par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) en phase inversée des composés phénoliques dans la fumée latérale.
- 1.2 Elle s'applique au piégeage des composés phénoliques dans la fumée latérale à l'aide d'un disque (tampon) filtrant en fibre de verre et d'impacteurs, et à leur dosage par chromatographie liquide à haute performance en phase inversée.

2 MÉTHODES APPLICABLES

- 2.1 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D 1193-77 – Standard Specification for Reagent Water, Version 1977.
- 2.2 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.

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 10 canaux équidistants d'une machine à fumer linéaire à 20 canaux sont aménagés avec des chambres en Y BAT (British American Tobacco) et des pompes à vide à débit contrôlé.
- 4.2 Les cigarettes ou les autres produits du tabac sont fumées sous les chambres en Y et la fumée est entraînée dans la chambre à un débit d'aspiration de 3 L/min.
- 4.3 La matière particulaire totale (MPT) de la fumée latérale est piégée sur un tampon-filtre Cambridge placé au haut de la chambre. La fumée filtrée passe ensuite dans un impacteur contenant 100 mL d'acide acétique à 1 %.
- 4.4 Après fumage de deux cigarettes*, le tampon pour fumée latérale est déposé dans un erlenmeyer à bouchon en verre rodé contenant la solution de piégeage et deux portions de 20 mL de liquides de rinçage de la chambre en Y BAT, puis il est extrait sur un agitateur oscillant.

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

- 4.5 Une portion de MPT est ensuite filtrée à l'aide d'une seringue, puis analysée par chromatographie liquide haute à performance en phase inversée.
- 4.6 Les phénols sont contrôlés avec un détecteur à fluorescence sélective et dosés par comparaison avec des étalons externes.

- 4.7** La production et l'analyse des échantillons doivent être réalisées en une journée.

Nota : L'analyse et l'évaluation de certains produits à l'aide de cette méthode d'essai 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 d'essai, 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-filtre pour filtre en fibre de verre.
- 5.5** Disques (tampons) filtrants en fibre de verre, 44 mm de diamètre, renfermant au plus 5 % de liant de type acrylique.
- 5.6** Balance analytique précise à au moins quatre décimales.
- 5.7** Agitateur oscillant.
- 5.8** Pompes à vide.
- 5.9** Débitmètres.
- 5.10** Chambres en Y - BAT (10).
- 5.11** Impacteurs en verre avec frittés et chemises de refroidissement – 10 x 10 pouces, capacité de 250 mL.
- 5.12** Bain de refroidissement.
- 5.13** Erlenmeyers de 250 mL avec bouchons en verre rodé.
- 5.14** Fioles jaugées, 10 mL, 25 mL et 50 mL, rouge actinique.
- 5.15** Micropipettes en verre – divers volumes (100, 150, 300, 400, 500, 800, 1000 et 2000 µL).
- 5.16** Pipettes de transfert, en verre - 1, 2, 5, 6, 7, 8, and 20 mL.
- 5.17** Éprouvettes graduées, en verre, 25 mL et 50 mL.
- 5.18** Erlenmeyers, à col en verre rodé, 50 mL, rouge actinique.
- 5.19** Système de chromatographie liquide à haute performance, comprenant :
- 5.19.1** Système d'approvisionnement en solvant – pompe à gradient tertiaire;
 - 5.19.2** Échantillonneur automatique réfrigéré, avec une boucle d'échantillonnage de 20 µL;
 - 5.19.3** Spectrophotofluorimètre à longueur d'onde programmable;
 - 5.19.4** Modificateur de température de la colonne;
 - 5.19.5** Bain de refroidissement;
 - 5.19.6** Système de saisie de données;
 - 5.19.7** Colonne RP18e, de 250 mm X 4 mm et 5 µm, avec colonne de garde de 10 mm X 4 mm.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1** Seringue-filtre, 0,45 µm, PVDF.
- 6.2** Seringues jetables.

- 6.3 Pipettes Pasteur, en verre, jetables,
- 6.4 Poires en caoutchouc.
- 6.5 Flacons pour échantillonneur automatique, avec bouchons à vis et septums.
- 6.6 Ruban cache.
- 6.7 Feuille d'aluminium.
- 6.8 Méthanol - distillé en verre.
- 6.9 Acétonitrile - distillé en verre.
- 6.10 Isopropanol - distillé en verre.
- 6.11 Éthanol - distillé en verre.
- 6.12 Acide acétique - distillé en verre.
- 6.13 Octanol, pureté de plus de 99 %.
- 6.14 Eau de type I (conforme à la norme ASTM D 1193).
- 6.15 Hydroquinone, pureté de plus de 99 %.
- 6.16 Résorcinol, pureté de plus de 99 %.
- 6.17 Catéchol, pureté de plus de 99 %.
- 6.18 Phénol, pureté de plus de 99 %.
- 6.19 m-Crésol, pureté de plus de 99 %.
- 6.20 p-Crésol, pureté de plus de 99 %.
- 6.21 o-Crésol, pureté de plus de 99 %.

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 SOLUTIONS

- 8.1 Préparer 4 L d'une solution à 1 % d'acide acétique dans de l'eau de type I (40 mL dilué à 4 L) et s'assurer qu'elle n'est pas contaminée en l'analysant par CLHP.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Étalons primaires (1^o) de phénols : (voir l'annexe 1)

- 9.1.1 Peser 25 mg des phénols suivants, hydroquinone, résorcinol, catéchol, p-phénol, m-crésol, p-crésol et o-crésol, dans des fioles jaugées de 25 mL et compléter avec la solution à 1 % d'acide acétique fraîchement préparée.
- 9.1.2 Les concentrations se situeront autour de 1,0 mg/mL. Préparer de nouveaux étalons primaires tous les 10 jours ouvrables.

9.2 Étalons secondaires (2^o) de phénols (voir l'annexe 1)

- 9.2.1 Prélever des volumes appropriés d'étalons primaires de phénols et diluer jusqu'à 10 mL avec de l'acide acétique à 1 %.
- 9.2.2 Préparer de nouveaux étalons secondaires de phénols chaque fois que des étalons primaires sont préparés.

9.3 Étalons tertiaires (3^o) de phénols (voir l'annexe 1)

9.3.1 Prélever des volumes correspondants de chacune des solutions de phénol et verser dans une fiole jaugée de 50 mL. Compléter avec de l'acide acétique à 1 %.

9.3.2 Préparer une nouvelle solution de travail tous les cinq jours ouvrables.

9.4 Étalons de travail

9.4.1 Pour obtenir des solutions d'étalonnage présentant des concentrations appropriées de phénol, prélever des volumes appropriés (0,100 à 7,5 mL) d'étalon tertiaire et diluer jusqu'à 10 mL avec de l'acide acétique à 1 %.

9.4.2 Transférer dans des flacons pour échantillonneur automatique Varian.

9.4.3 Préparer de nouvelles solutions d'étalonnage tous les cinq jours ouvrables.

9.5 Solution de dopage de phénol pour blancs fortifiés de laboratoires (BF)

9.5.1 Verser des volumes appropriés de solutions étalons de phénol dans une fiole jaugée de 50 mL et compléter avec de l'acide acétique à 1 %.

9.5.2 Préparer une nouvelle solution de dopage de phénol tous les cinq jours ouvrables.

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

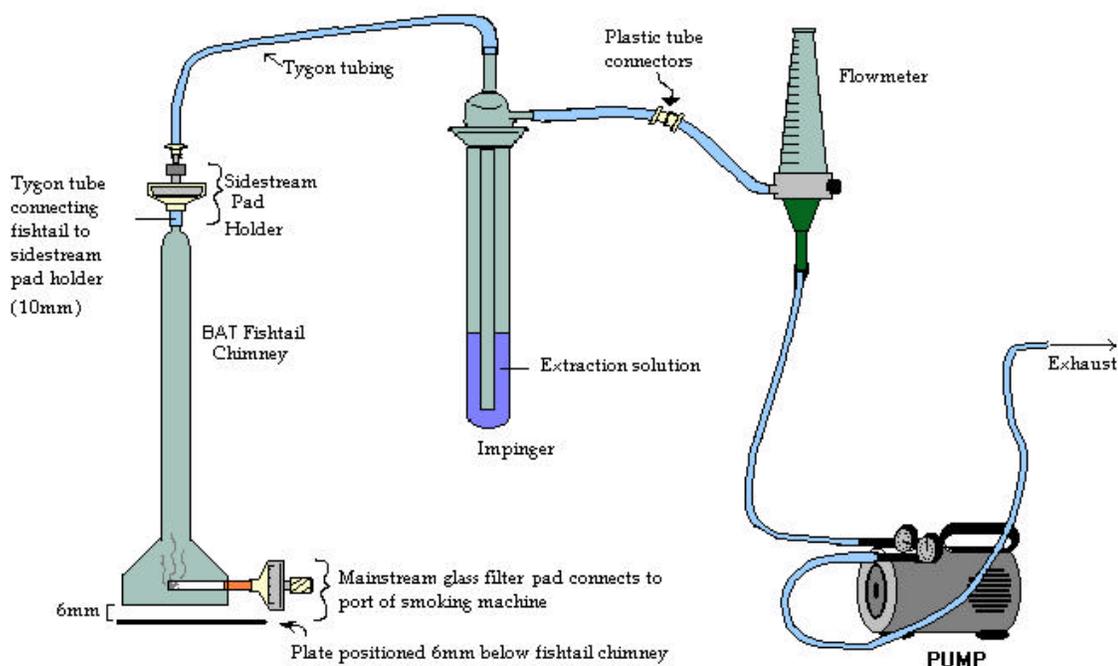
12.1 Conditions ambiantes

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 dispositif d'analyse des phénols de la fumée latérale de la manière indiquée dans le diagramme suivant.



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

Exhaust = évacuation

PUMP = POMPE

12.2.3 Mettre la chambre à la position maximale (position de chargement).

12.2.4 Verser dans l'impacteur 100 mL d'acide acétique à 1 % et deux gouttes d'octanol, puis relier l'enveloppe de l'impacteur à un bain de refroidissement à 10 °C.

12.2.5 Mettre en place le porte-filtre pour fumée latérale au sommet de la chambre et brancher l'impacteur de manière à ce que le côté du fritté grossier soit relié à la partie arrière de la machine à fumer.

12.2.6 Relier le tube de l'impacteur plongeant dans la solution au porte-filtre pour fumée latérale et brancher l'autre tube à la pompe à vide.

12.2.7 Régler la pompe à vide de manière à obtenir un débit de 3 L/minute. Noter le réglage du débitmètre.

12.2.8 Relier les porte-filtres pour fumée principale aux canaux correspondants de la machine à fumer.

13 PRODUCTION D'ÉCHANTILLONS

Nota : Il importe de s'assurer qu'une quantité d'au moins 50 à 100 mg de MPT a été déposée sur le tampon-filtre pour fumée latérale avant de procéder à l'analyse.

13.1 À l'aide de la barre de vide, insérer la première cigarette à fumer en position sous la chambre, dans un des 10 canaux réglés. Insérer soigneusement la cigarette dans le porte-cigarette jusqu'à la marque de mégot.

13.2 Mettre les pompes du circuit de fumée latérale en marche (3 L/minute) au commencement du processus d'allumage, à t moins 30 secondes.

13.3 Allumer la cigarette (dès la première bouffée) et commencer à compter les bouffées, de la manière suivante :

13.3.1 La période d'allumage normal comprend une période de réchauffement de 15 secondes commençant à t – 18 secondes, suivie d'une inflammation de cinq secondes (trois secondes avant la première bouffée plus les deux secondes que dure la bouffée).

13.4 Abaisser la chambre en Y au-dessus de la cigarette, à 6 mm au-dessus de la plaque située sous la cigarette. La cigarette ne doit pas toucher à la chambre. Ainsi, l'air s'écoulera uniformément autour de la cigarette et dans la chambre en Y.

13.5 Les cigarettes d'essai sont fumées jusqu'à la longueur de mégot précédemment marquée. Ensuite, éteindre le mégot et le retirer de la chambre.

13.6 Laisser fonctionner la pompe pendant encore 30 secondes pour entraîner toute fumée qui reste dans le filtre pour fumée latérale.

13.6.1 Répéter le processus de fumage pour la deuxième cigarette.

13.6.2 Le fumage est terminé lorsque la dernière cigarette a été fumée jusqu'à la marque prédéterminée.

13.6.3 Après le fumage, relever la chambre et démonter le dispositif de captage de la fumée latérale.

13.6.4 Peser de nouveau les porte-filtres pour fumée latérale et noter leurs poids « après fumage ».

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

14.1 Extraction des tampons-filtres

14.1.1 Une série d'analyses comprend 10 échantillons (tampons). Traiter les 10 échantillons en même temps, mais ne pas procéder à plus de deux séries d'analyses ou 20 échantillons par jour. Ne pas fumer plus de

cigarettes qu'on ne peut analyser dans une période de 24 heures. L'hydroquinone est particulièrement sensible à la température et se détériore facilement avec le temps.

- 14.1.2** Retirer le tampon pour fumée latérale de son porte-filtre, le plier en deux, puis encore en deux, le côté « propre » étant vers l'extérieur. Le prendre avec des brucelles propres et essuyer le porte-filtre. Mettre le tampon dans un erlenmeyer de 250 mL.
- 14.1.3** Ajouter les 100 mL de solution de piègeage dans l'erlenmeyer.
- 14.1.4** Rincer les parois de la chambre en Y avec deux portions de 20 mL d'acide acétique à 1 %. Utiliser une tige de verre pour déloger tout résidu déposé sur les parois de la chambre. Verser les liquides de rinçage dans l'erlenmeyer; le volume total de liquide sera de 140 mL.
- 14.1.5** Mettre un morceau de un pouce de ruban cache sur le bouchon en verre rodé pour le maintenir en place.
- 14.1.6** Chaque jour de fumage, préparer un nouveau blanc de réactifs (BR) de la manière suivante, pour s'assurer que le système analytique, la verrerie et les réactifs ne constituent pas une source de perturbation.
 - 14.1.6.1** BR : Ajouter un tampon-filtre inutilisé provenant de la chambre de fumage dans un erlenmeyer propre de 250 mL, ajouter 140 mL d'acide acétique à 1 %, puis boucher.
- 14.1.7** Chaque jour de fumage, préparer un blanc fortifié (BF) de la manière suivante, pour s'assurer qu'il n'y a aucune perte d'analyte pendant l'analyse.
 - 14.1.7.1** BF : Ajouter un tampon-filtre inutilisé provenant de la chambre de fumage dans un erlenmeyer propre de 250 mL, ajouter 139 mL d'acide acétique à 1 % et 1 mL de solution de dopage de phénols, puis boucher.
- 14.1.8** Envelopper complètement les flacons dans du papier d'aluminium. Les mettre sur un agitateur oscillant Burrell et agiter 30 minutes (les TFC devraient se désagréger).
- 14.1.9** Après l'agitation, filtrer l'extrait, à l'aide d'une seringue-filtre, directement dans deux flacons pour échantillonneur automatique. Rincer le premier flacon, jeter les liquides de rinçage, puis remplir de manière à obtenir l'espace libre le plus petit qui soit.
- 14.1.10** Après l'agitation, préparer une matrice fortifiée (MF) avec une cigarette témoin de marque standard, et ce, à chaque jour de fumage.
 - 14.1.10.1** Mettre un filtre Acrodisc de 0,45 µm en PVDF dans une seringue jetable et filtrer l'extrait directement dans une fiole jaugée de 10 mL contenant de l'acide acétique à 1 % et la quantité de solution de dopage de phénols nécessaire pour diluer l'extrait de fumée à 10 mL. Bien mélanger, puis, avec une pipette Pasteur, remplir deux flacons pour échantillonneur

automatique. Rincer le premier flacon, puis le remplir de manière à obtenir l'espace libre le plus petit qui soit.

14.1.11 Filtrer le BR et le BF à l'aide d'une seringue directement dans des flacons pour échantillonneur automatique.

14.1.12 Mettre les flacons dans un support et les conserver à 4 °C, à l'abri de la lumière jusqu'au moment de l'analyse.

14.1.13 Établir un registre des analyses pour noter le temps total pendant lequel les échantillons sont à la température ambiante, depuis le fumage jusqu'au moment de leur analyse.

Nota : Il est très important de traiter les échantillons aussi vite que possible, sans interruption, car les échantillons se décomposent lorsqu'ils sont exposés longtemps à la température ambiante.

14.2 Analyse instrumentale : Équipement de CLHP

14.2.1 Système de chromatographie liquide haute performance, comprenant :

14.2.2 Système d'approvisionnement en solvant – pompe à gradient ternaire.

14.2.3 Échantillonneur automatique réfrigéré avec une boucle d'échantillonnage de 20 µL.

14.2.4 Spectrophotofluorimètre à longueur d'onde programmable, avec un gain de 100 et une atténuation de huit.

14.2.5 Largeur de fente : Excitation, 18 nm; émission, 18 nm.

14.2.6 Profil de longueur d'onde :

Temps	Excitation (nm)	Émission (nm)
0,0	304	338
5,5	274	298
32,0	274	298
33,5	304	338

14.2.7 Bain de refroidissement avec dispositif de modification de la température de la colonne

14.3 Conditions chromatographiques (analyse en phase inversée)

14.3.1 Température de colonne : 20 °C.

14.3.2 Phase mobile : réactifs.

14.3.2.1 Solvant A : Préparer deux litres d'une solution contenant 1 % d'acétonitrile, 1 % d'acide acétique et 1 % d'isopropanol. Filtrer et dégazer (avec de l'hélium UHP).

14.3.2.2 Solvant B : Préparer deux litres d'une solution contenant 28 % d'acétonitrile, 1 % d'acide acétique et 1 % d'isopropanol. Filtrer et dégazer (avec de l'hélium UHP).

14.3.2.3 Solvant C : Acétonitrile (dégazé avec de l'hélium UHP).

14.3.3 Lavage de l'échantillon : solvant A.

14.3.4 Phase mobile : Gradient

Débit Temps (minute)	1,5 mL/minute Composition		
0,0	100 % A	0 % B	0 % C
5,0	100 % A	0 % B	0 % C
15,0	75 % A	25 % B	0 % C
20,0	25 % A	75 % B	0 % C
28,0	0 % A	100 % B	0 % C
30,0	0 % A	0 % B	100 % C
32,0	0 % A	0 % B	100 % C
34,0	95 % A	0 % B	5 % C
Fin de l'analyse 100 % A (Équilibrer : 10 minutes)		0 % B	0 % C

14.3.5 Charger les flacons d'échantillons dans l'échantillonneur automatique en insérant un étalon à tous les 10 flacons et en s'assurant que le temps d'analyse de la quantité totale ne dépasse pas 24 heures.

14.3.6 Injecter 20 µL de chaque échantillon sur la colonne de CLHP. Le profil d'élution doit être similaire à celui représenté dans la **figure 1**.

14.4 Calculs**14.4.1 Préparation d'une courbe d'étalonnage**

14.4.2 Injecter 20 µL de chaque solution étalon sur la colonne et procéder à l'analyse dans les conditions chromatographiques prévues. Faire deux analyses de chaque étalon. Le profil d'élution doit être similaire à celui représenté dans la **figure 2**.

14.4.3 Détermination du facteur de réponse

14.4.3.1 Préparer une courbe d'étalonnage des différents composés hydroxybenzéniques en traçant les aires sous les pics en fonction des concentrations correspondantes.

14.4.3.2 Déterminer le facteur de réponse à partir de la courbe d'étalonnage.

14.5 Dosage des échantillons

14.5.1 Déterminer la quantité des différents composés phénoliques dans les échantillons de fumée par la méthode des étalons externes.

14.5.2 Identifier les pics par comparaison des temps de rétention obtenus avec les temps de rétention des étalons et des échantillons dopés.

14.6 Détermination des teneurs en phénols en µg/cigarette

14.6.1 Hydroxybenzène [µg/cigarette] = $\frac{\text{aire sous le pic}}{\text{fact. réponse}} \times \frac{\text{FD}}{\text{nbre de cigarettes}}$

dans laquelle FD est le facteur de dilution.

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Chromatogramme typique

15.1.1 Voir les figures 1 et 2.

15.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.2.1 Chaque série d'analyses doit aussi comprendre :

Un blanc de réactif (BR) pour évaluer l'importance des perturbations dues à la verrerie, aux réactifs de piégeage, aux tampons-filtres et au système d'analyse.

Un blanc fortifié (BF) pour évaluer l'importance des pertes potentielles d'analytes.

15.2.2 Un étalon analysé comme s'il s'agissait d'un échantillon pour vérifier les calculs et valider l'étalonnage.

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

15.3.1 Limite de détection de la méthode (LDM)

15.3.1.1 Déterminer la limite de détection de la méthode en analysant l'étalon le moins concentré, comme s'il s'agissait d'un échantillon, au moins 10 fois sur une période de plusieurs jours. La LDM est égale à trois fois l'écart-type de ces mesures.

15.3.2 Limite de dosage (LDD)

15.3.2.1 Déterminer la limite de dosage en analysant l'étalon le moins concentré, comme s'il s'agissait d'un échantillon, au moins 10 fois sur une période de plusieurs jours. La LDD est égale à 10 fois l'écart-type de ces mesures

15.4 Stabilité des réactifs et des solutions

15.4.1 Préparer de nouvelles solutions étalons primaires de phénols à chaque semaine.

15.4.2 Préparer de nouveaux étalons de travail et de nouveaux réactifs à chaque semaine.

15.4.3 Analyser tous les échantillons dès que possible après le fumage et dans les 24 heures.

16 MODIFICATIONS POUR DES CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

16.1 Aucune modification n'est nécessaire pour des conditions intenses de fumage.

17 RÉFÉRENCES

- 17.1 Risner, C.H. et Cash, S.L. "A High Performance Liquid Chromatographic Determination of Major Phenolic Compounds in Tobacco Smoke", *Journal of Chromatographic Science*, p. 28, 1990.
- 17.2 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.

ANNEXES

Annexe 1 : Solutions d'étalonnage

a) : solutions mères étalons

Phénol	Solution mère primaire*				Solution mère secondaire*			Solution mère de	
	Poids (g)	Pureté (%)	Volume (mL)	Conc. [mg/mL]	Vol. (mL) de sol. prim.	Diluer à vol. (mL)	Conc. [mg/mL]	Vol. (mL) sol. prim.	Diluer à vol. (mL)
Hydroquinone	0.0243	99.0	25.0	0.96228				0.50	50.0
Résorcinol	0.0294	99.0	25.0	1.16424	2.0	10.0	0.23285	0.20	50.0
Catéchol	0.0223	99.0	25.0	0.88308				0.25	50.0
Phénol	0.0272	99.0	25.0	1.07712				0.50	50.0
m-Crésol	0.0335	99.0	25.0	1.3266	1.0	10.0	0.13266	1.00	50.0
p-Crésol	0.0351	99.0	25.0	1.38996	0.5	10.0	0.06950	1.00	50.0
o-Crésol	0.0303	99.0	25.0	1.19988	0.4	10.0	0.04800	2.00	50.0
m+p-Crésol		99.0	25.0						

* dans de l'acide acétique à 1 % (v/v)

** dans de l'acide acétique à 1 % (v/v), dans une seule fiole jaugée de 50 mL

b) : étalons de travail de phénols+

Nom	5	10	100	200	350	500	750	1000
Vol. (mL) W/S	0.050	0.100	1.000	2.000	3.500	5.000	7.500	10.000
Phénol	[ug/mL]							
Hydroquinone	0.04811	0.09623	0.96228	1.92456	3.36798	4.81140	7.21710	9.62280
Résorcinol	0.00466	0.00931	0.09314	0.18628	0.32599	0.46570	0.69854	0.93139
Catéchol	0.02208	0.04415	0.44154	0.88308	1.54539	2.20770	3.31155	4.41540
Phénol	0.05386	0.10771	1.07712	2.15424	3.76992	5.38560	8.07840	10.77120
m-Crésol	0.01327	0.02653	0.26532	0.53064	0.92862	1.32660	1.98990	2.65320
p-Crésol	0.00695	0.01390	0.13900	0.27799	0.48649	0.69498	1.04247	1.38996
o-Crésol	0.00960	0.01920	0.19198	0.38396	0.67193	0.95990	1.43986	1.91981
m+p-Crésol	0.02022	0.04043	0.40432	0.80863	1.41511	2.02158	3.03237	4.04316

+ dans de l'acide acétique à 1 % (v/v), dans des fioles jaugées de 10 mL

c) : solution de dopage

Phénol	Solution dopante pour BF***						Dopage de la MF++		
	Niveau de sol. Mère	Conc. [mg/mL]	Volume (mL)	Diluer à vol. (mL)	Dopant [ug/mL]	Analysé [ug/mL]	Vol. de dopant (mL)	Diluer à vol. (mL)	Dopant [ug/mL]
Hydroquinone	Primaire	0.96228	1.0		38.4912	0.76982			19.24560
Phénol	Primaire	1.07712	0.6	25.0	25.85088	0.51702	5.0	10.0	12.92544
o-Crésol	Secondaire	0.04800	1.4		2.68773	0.05375			1.34387

*** dans de l'acide acétique à 1 % (v/v), dans une fiole jaugée de 25 mL

++ dans de l'acide acétique à 1 % (v/v), dans une fiole jaugée de 10 mL

Figure 1 : Chromatogramme typique obtenu lors de l'analyse d'une solution d'étalonnage de phénols

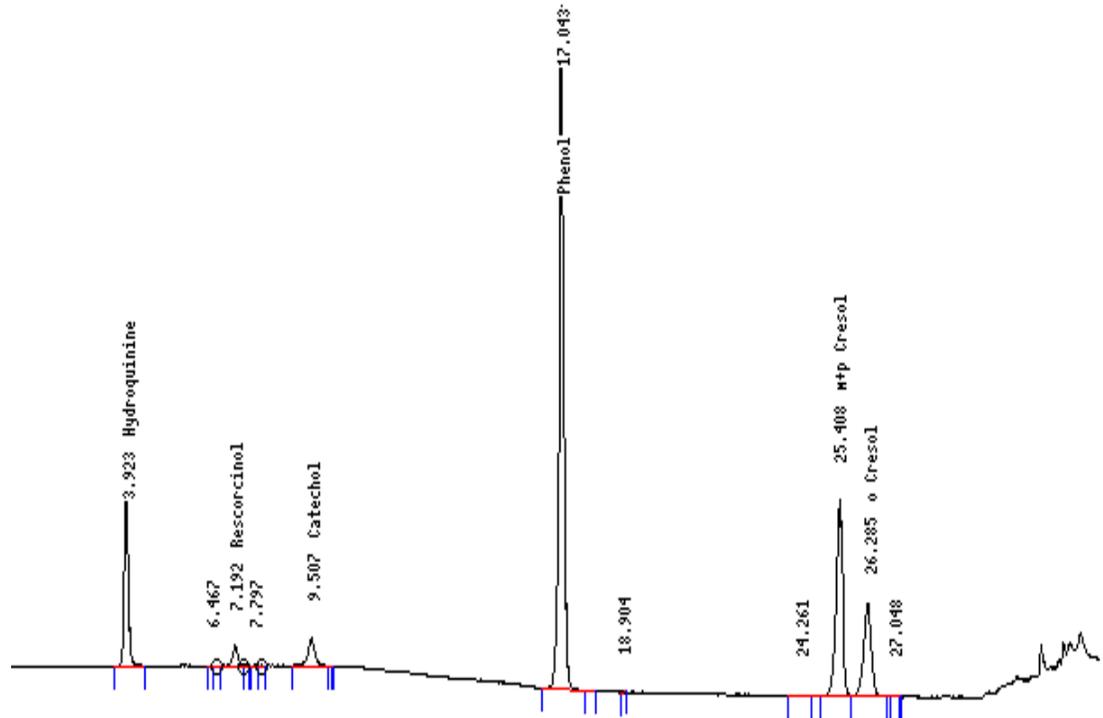


Figure 2 : Chromatogramme obtenu lors de l'analyse des hydroxybenzènes dans la MPT de la fumée latérale

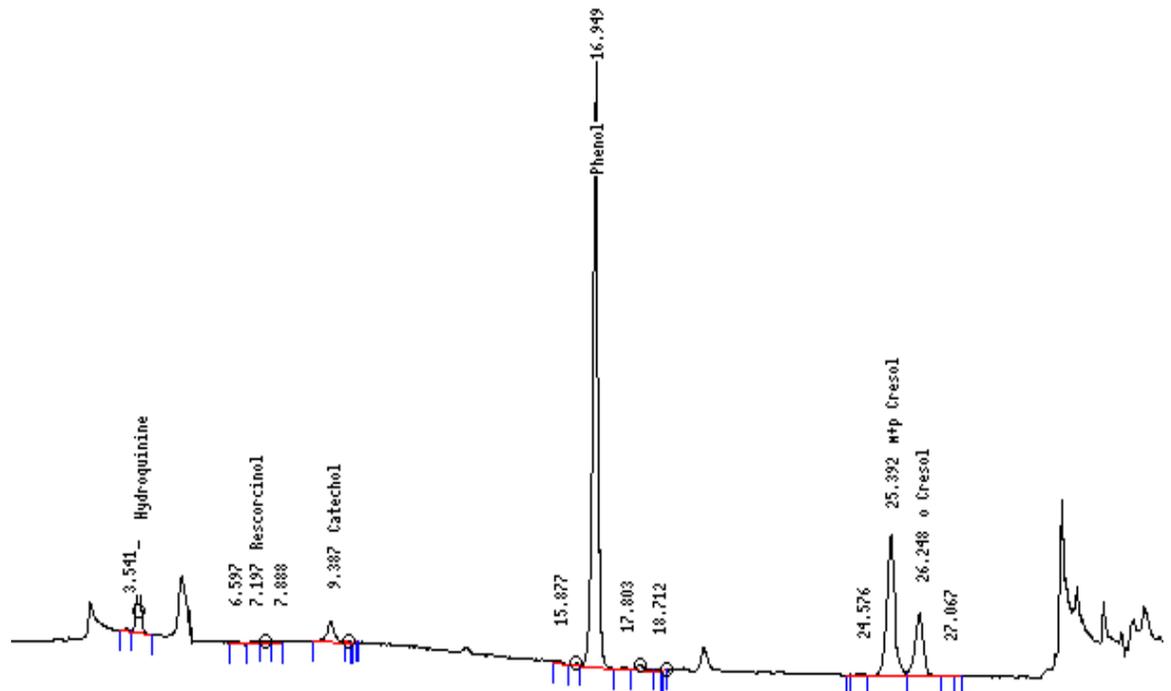
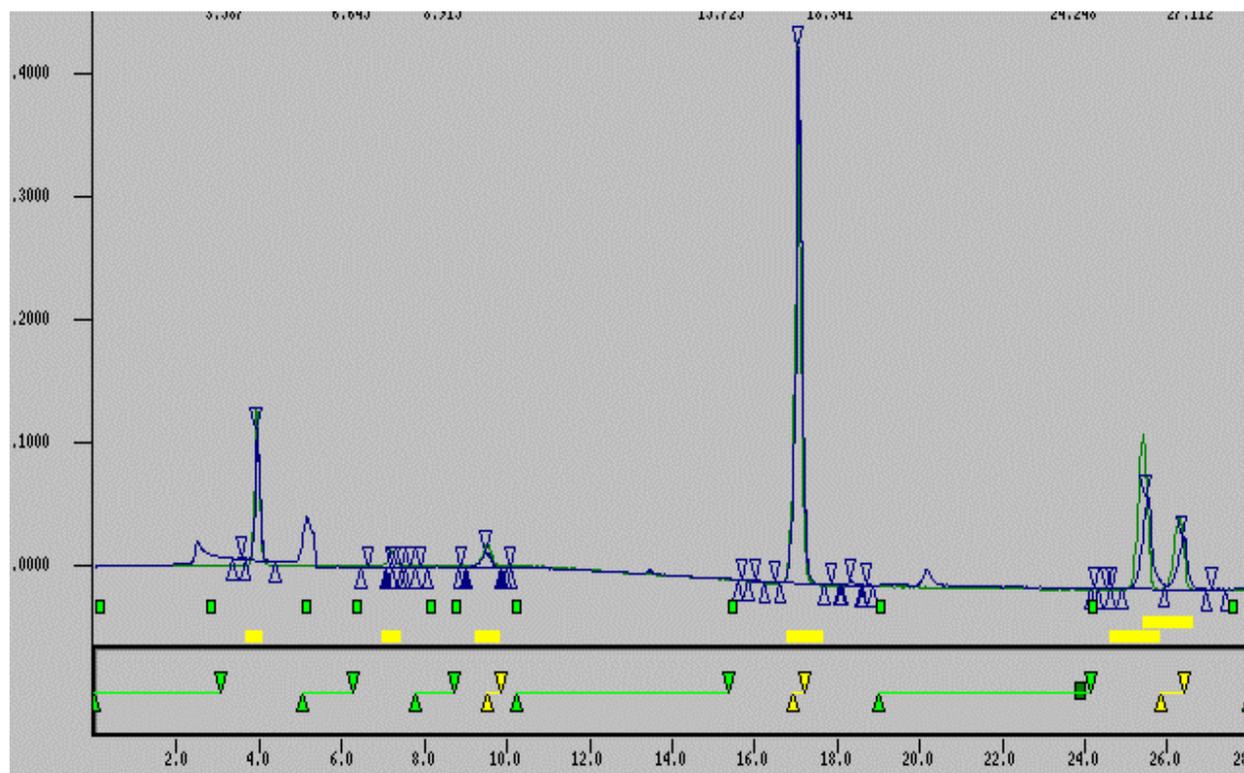


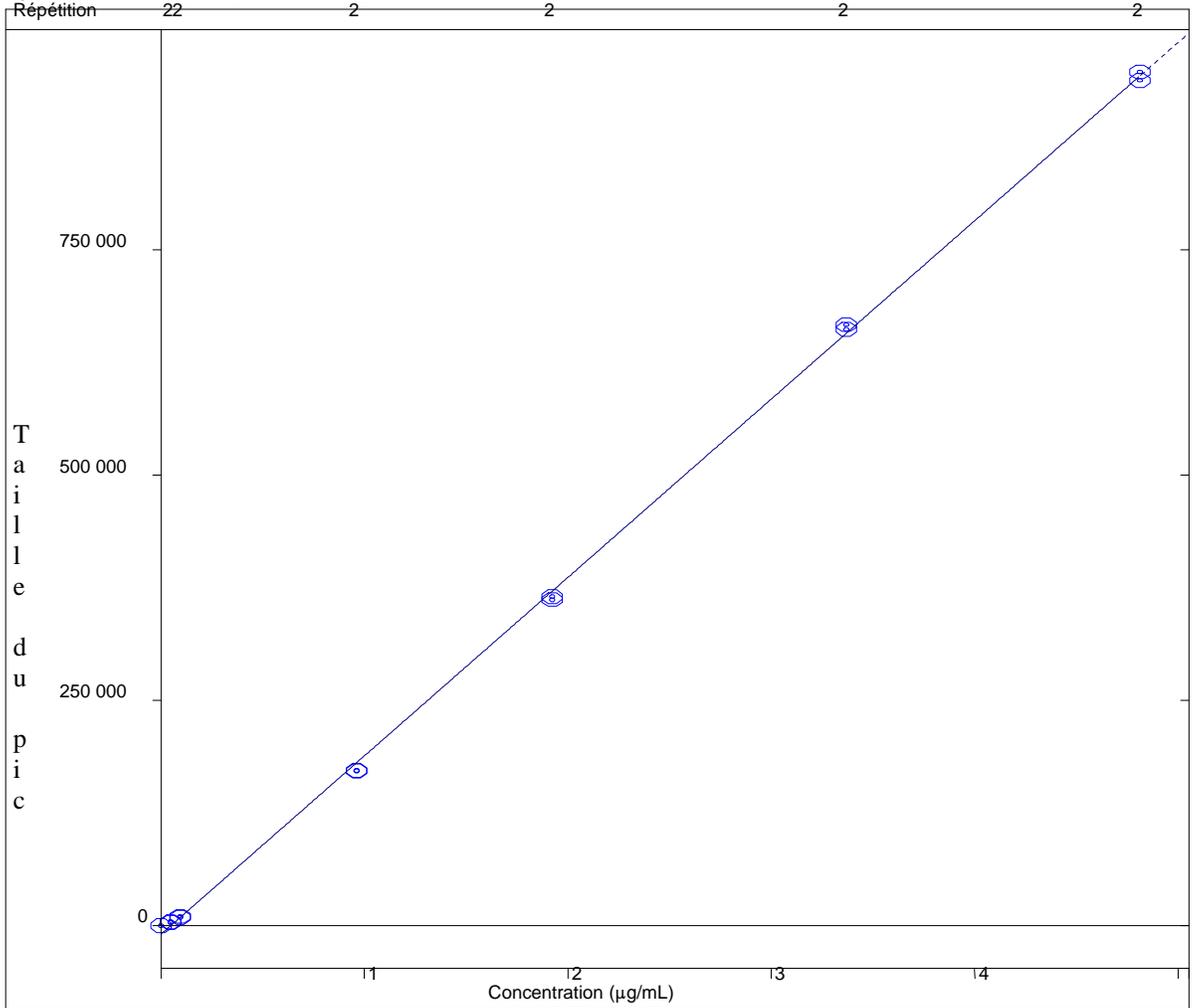
Figure 3 : Superposition des chromatogrammes obtenus lors du dosage des phénols dans une cigarette témoin et du dosage d'une solution d'étalonnage



Annexe 4a : Rapport d'étalonnage hydroquinone

Rapport d'étalonnage
 Dossier : f:\home_dir\jzavitsk\m24ssphe\phen475.mth
 Détecteur : panneau ADC, adresse : 16, canal : A

Hydroquinone
 Écart-type du fact. rép. : 31,64 %
 Coeff. corr. (R²) : 0,999628
 Analyse d'étalon externe
 Type de courbe : linéaire
 Origine : libre
 $y = +1,980434e+005x - 9,836358e+003$



Appendice 4c : Rapport d'étalonnage catéchol

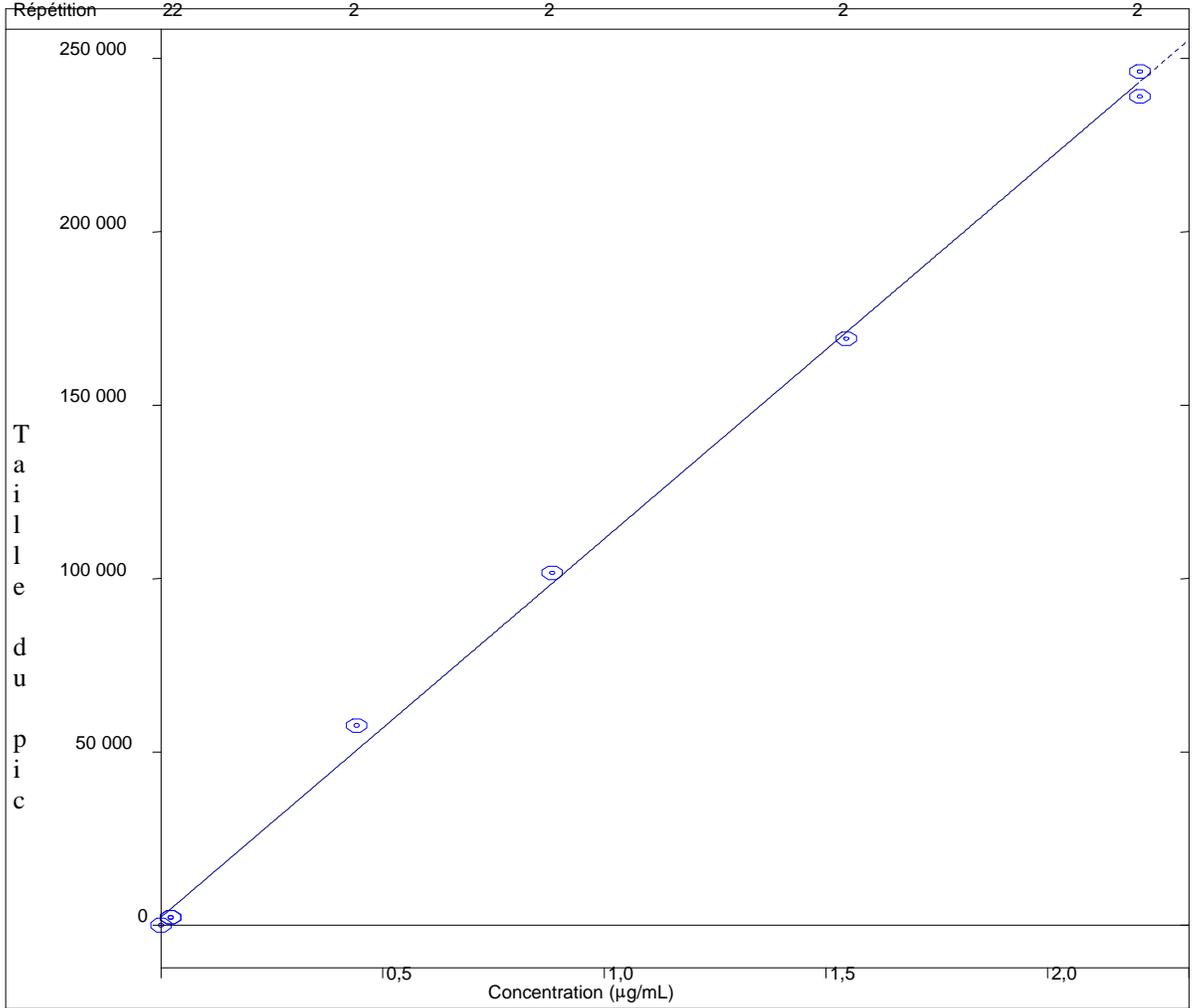
Rapport d'étalonnage
 Dossier : f:\home_dir\jzavitsk\m24ssphe\phen475.mth
 Détecteur : panneau ADC, adresse : 16, canal : A

Type de courbe : linéaire
 Analyse d'étalon externe

Catéchol

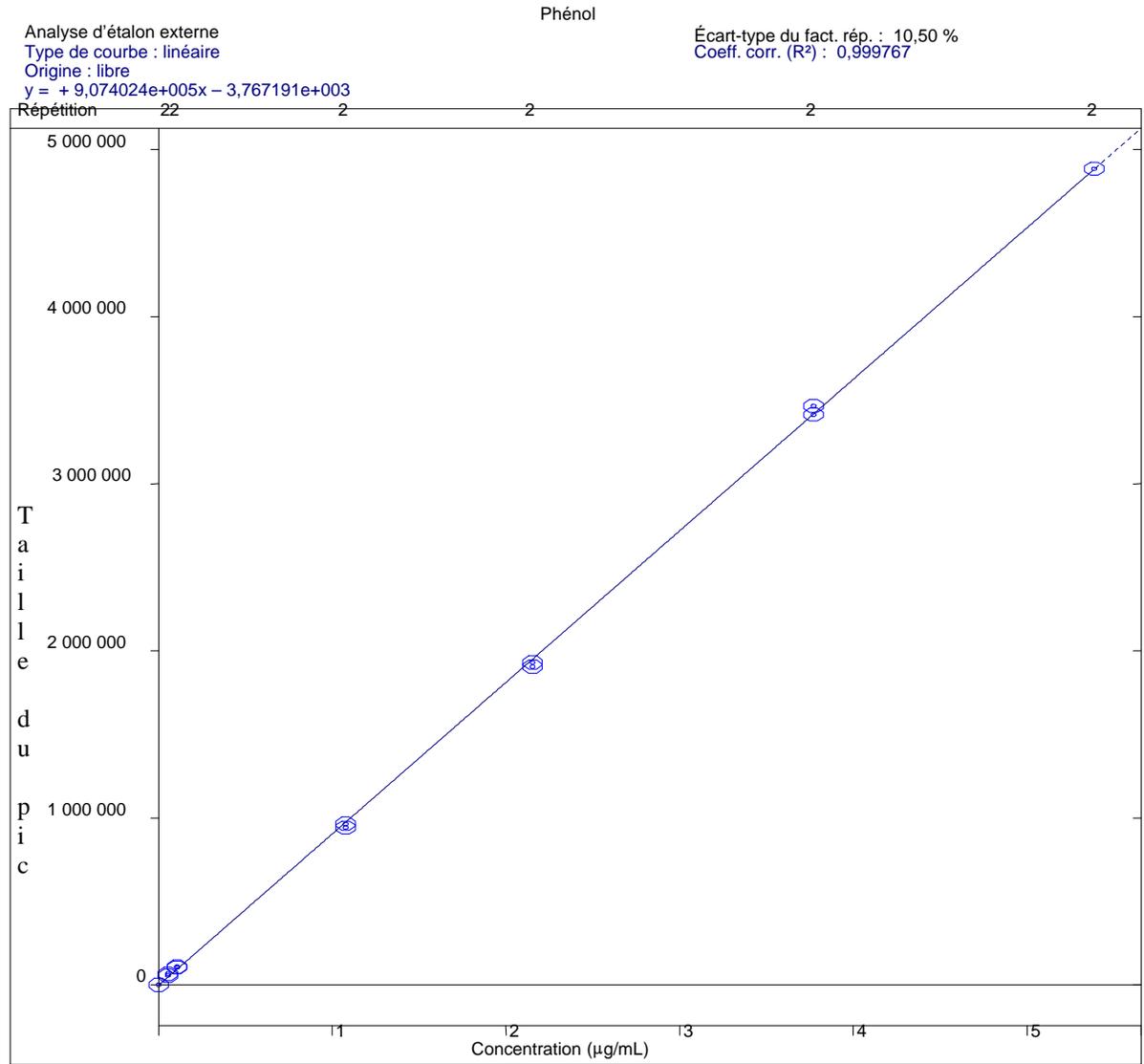
Écart-type du fact. rép. : 8,326 %
 Coeff. corr. (R²) : 0,998611

Origine : libre
 $y = + 1,091808e+005x + 2,252463e+003$



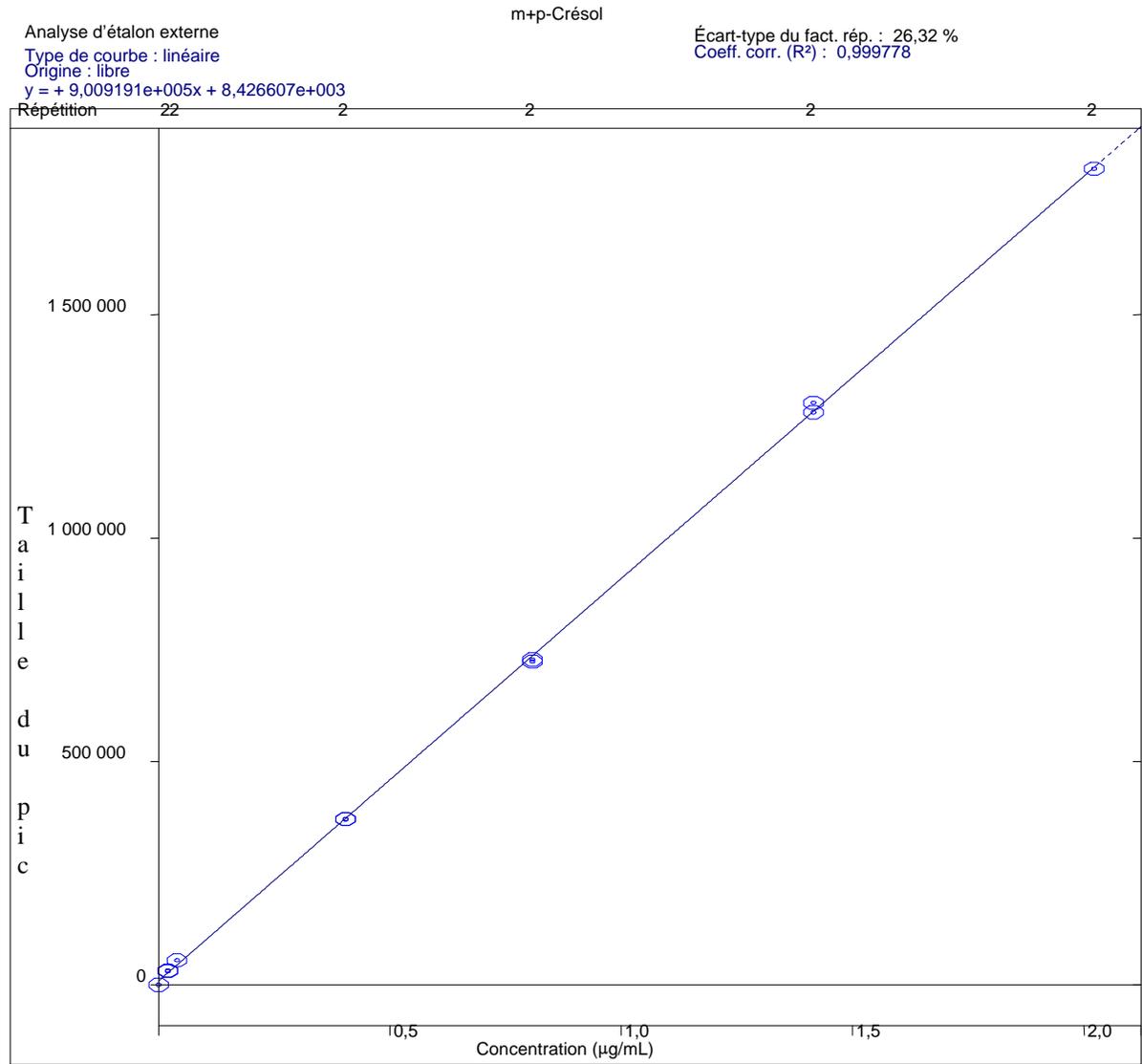
Appendice 4d : Rapport d'étalonnage phénol

Rapport d'étalonnage
 Dossier : f:\home_dir\jzavitsk\m24ssphe\phen475.mth
 Détecteur : panneau ADC, adresse : 16, canal : A



Appendice 4e : Rapport d'étalonnage m+p crésol

Rapport d'étalonnage
 Dossier : f:\home_dir\jzavitsk\m24ssphe\phen475.mth
 Détecteur : panneau ADC, adresse : 16, canal : A



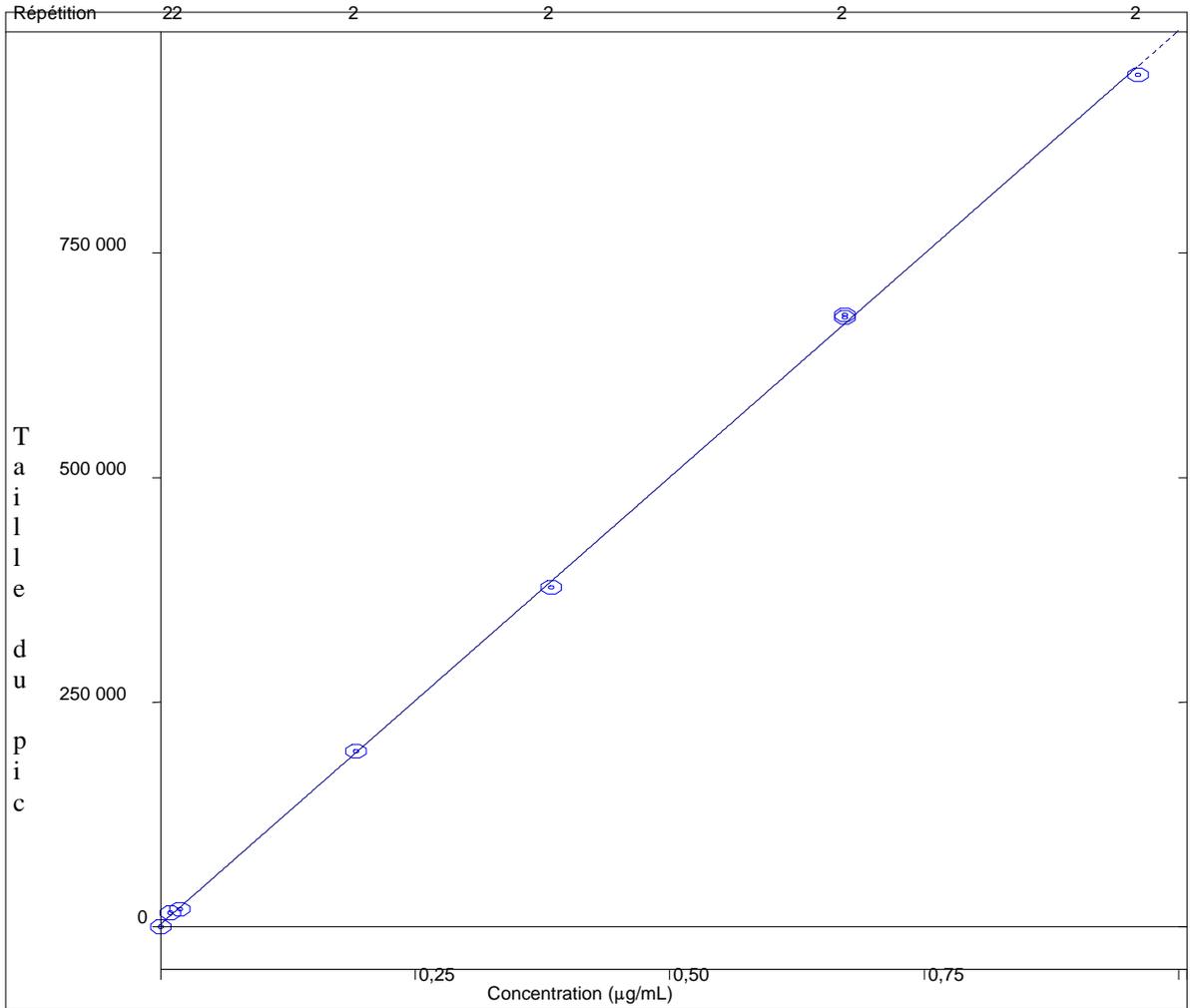
Appendice 4f : Rapport d'étalonnage o-crésol

Rapport d'étalonnage
 Dossier : f:\home_dir\jzavitsk\m24ssphe\phen475.mth
 Détecteur : panneau ADC, adresse : 16, canal : A

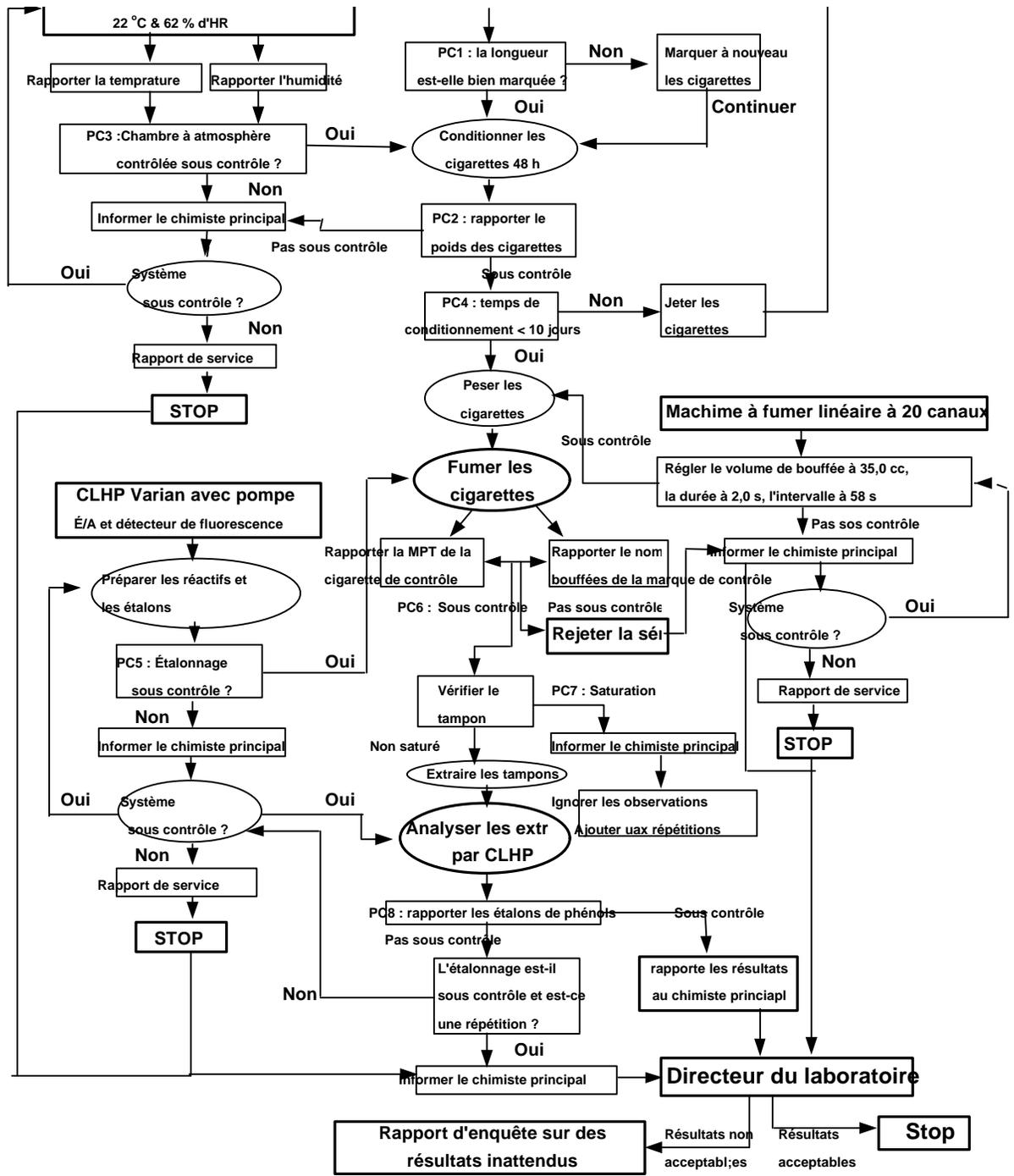
Analyse d'étalon externe
 Origin: Include
 Type de courbe : linéaire
 $y = + 9,947791e+005x + 2,906716e+003$

0-Crésol

Écart-type du factérép. : 21,22 %
 Coeff. corr. (R²) : 0,999678



Apendice 5 : Schéma du dosage des phénols



Annexe 6a : Blancs de réactifs (BR) analysés lors d'une étude récente sur la fumée latérale

Description échantillon	Hydroquinone (ug/mL)	Résorcinol (ug/mL)	Catéchol (ug/mL)	Phénol (ug/mL)	m+p-Crésol (ug/mL)	o-Crésol (ug/mL)
BRa_jour 1	Non dét.	0,0112	0,0260	0,0113	0,0218	0,0003
BRa_jour 2	Non dét.	0,0107	0,0235	0,0113	Non dét.	0,0076
BRa_jour 3	Non dét.	0,0139	0,0468	0,0136	Non dét.	0,0044

Description échantillon	Hydroquinone (ug/cig)	Résorcinol (ug/cig)	Catéchol (ug/cig)	Phénol (ug/cig)	m+p-Crésol (ug/cig)	o-Crésol (ug/cig)
BRa_jour 1	Non dét.	0,112	0,260	0,113	0,218	0,003
BRa_jour 2	Non dét.	0,107	0,235	0,113	Non dét.	0,076
BRa_jour 3	Non dét.	0,139	0,468	0,136	Non dét.	0,044
Moyenne	Non dét.	0,119	0,321	0,121	0,218	0,041

Annexe 6b : Blancs fortifiés (BF) analysés lors d'une étude récente sur la fumée latérale

Les résultats sont rapportés en % récupéré

Description échantillon	Hydroquinone (ug/mL)	Phénol (ug/mL)	o-Crésol (ug/mL)
BFa_jour 1	73,40	94,00	114,23
BFa_jour 2	83,10	96,75	74,23
BFa_jour 3	90,23	97,25	125,21
Moyenne	82,24	96,00	104,56

Annexe 6c : Matrices fortifiées (MF) analysées lors d'une étude récente sur la fumée latérale

Les résultats sont rapportés en % récupéré

Description échantillon	Hydroquinone (ug/mL)	Phénol (ug/mL)	o-Crésol (ug/mL)
R04_P12_LFMa	98,76	93,75	95,84
R08_P09_LFMa	99,02	102,82	102,76
R12_P17_LFMa	100,78	109,32	124,93
Moyenne	99,52	101,96	107,85

Annexe 7 : Limite de détection (LDM) et limite de dosage (LDD) des phénols dans la fumée latérale

Phénols	Étalon 1 Hydroquinone (ug/mL)	Étalon 2 Résorcinol (ug/mL)	Étalon 2 Catéchol (ug/mL)	Étalon 1 Phénol (ug/mL)	Étalon 2 m+p-Crésol (ug/mL)	Étalon 2 o-Crésol (ug/mL)
	0,0512	0,0092	0,0543	0,0427	0,0355	0,0215
	0,0510	0,0069	0,0598	0,0474	0,0342	0,0193
	0,0493	0,0052	0,0557	0,0465	0,0356	0,0229
	0,0514	0,0071	0,0619	0,0474	0,0354	0,0211
	0,0490	0,0068	0,0570	0,0484	0,0351	0,0179
	0,0543	0,0054	0,0506	0,0489	0,0368	0,0182
	0,0544	0,0056	0,0439	0,0424	0,0366	0,0202
	0,0497	0,0059	0,0472	0,0424	0,0357	0,0205
	0,0506	0,0071	0,0485	0,0451	0,0353	0,0221
	0,0538	0,0073	0,0628	0,0452	0,0347	0,0189
Moyenne	0,0515	0,0067	0,0542	0,0456	0,0355	0,0203
Écart-type	0,0020	0,0012	0,0065	0,0025	0,0008	0,0017
Coeff. de var.	3,9	17,9	11,9	5,4	2,2	8,3
LDM (ug/mL)	0,0061	0,0036	0,0194	0,0074	0,0023	0,0050
LDM (ug/cig)	0,122	0,071	0,387	0,149	0,047	0,100
LDD (ug/mL)	0,0203	0,0119	0,0646	0,0248	0,0078	0,0167
LDD (ug/cig)	0,406	0,238	1,291	0,496	0,156	0,335

Annexe 8 : Teneurs de la cigarette de référence Kentucky (1R4F)**d e s t e n e u r s d e l a c i g a r e t t e t é m o i n K e n t u c k y
1 R 4 F (m a r q u e 5 0 7)**

Analyte	Moyenne	Unité	Écart- type	Coeff. de var.
Groupe des phénols				
Hydroquinone	116	ug/cig	17,3	14,9 %
Résorcinol	0,806	ug/cig	0,568	70,5 %
Catéchol	93,4	ug/cig	13,9	14,9 %
Phénol	247	ug/cig	25,7	10,4 %
m+p-Crésol	72,9	ug/cig	10,1	13,8 %
o-Crésol	34,7	ug/cig	5,82	16,8 %

a) Conditions non normales (voir la note 2) : fumer 2 cigarettes avec les événements bloqués.

b) Conditions moyennes (voir la note 3) : fumer 2 cigarettes avec les événements à moitié bloqués.

Conditions de fumage non normales : bouffées de 56 cm³, durée des bouffées de 2 secondes, intervalles de 26 secondes entre les bouffées.

Conditions moyennes de fumage : bouffées de 45 cm³, durée des bouffées de 2 secondes, intervalles de 30 secondes entre les bouffées.