

N° : T - 102
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 11

1 PORTÉE

La présente méthode s'applique à la séparation et au dosage des amines aromatiques (1- et 2-aminonaphthalènes et 3- et 4-aminobiphényles) présentes dans la fumée principale de tabac par chromatographie des gaz/spectrométrie de masse (CG/SM).

2 NORMES APPLICABLES

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

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 Les amines aromatiques contenues dans la fumée principale de tabac sont piégées en faisant passer la fumée provenant de 10* cigarettes dans un disque filtrant en fibre de verre (tampon). Le tampon est plié en quatre et placé dans un erlenmeyer contenant 100 mL d'une solution à 5 % d'acide chlorhydrique. L'erlenmeyer est agité pendant 30 minutes à l'aide d'un agitateur oscillant, puis son contenu est filtré et le filtrat est récupéré dans une ampoule à décanter de 500 mL. La solution est dopée avec un étalon interne constitué de D₉-4-aminobiphényle. Le filtrat est lavé avec du dichlorométhane, alcalinisé avec une solution d'hydroxyde de sodium, puis extrait avec de l'hexane. Les extraits à l'hexane sont asséchés avec du sulfate de sodium, dérivatisés avec l'anhydride pentafluoropropionique et la triméthylamine, puis passés sur une colonne de Florisil et dosés par CG/SM.

*Pour d'autres produits du tabac, retenir un nombre tel que le tampon ne soit pas saturé.

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 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 Fioles jaugées, de classe A, de 10, 25 et 100 mL.
- 5.5 Pipettes, de classe A, de 20, 50, 100, 250 et 500 µL 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 Erlenmeyer de 125 mL, en polyméthylpentène (PMP), muni d'un bouchon à vis (ou l'équivalent).
- 5.8 Ampoules à décanter de 500 mL, avec bouchons en verre.
- 5.9 Entonnoir filtrant, d'un diamètre interne de 10 cm.
- 5.10 Ballons de 500 mL.
- 5.11 Pipettes Pasteur de 9 pouces (jetables), avec poire en caoutchouc.
- 5.12 Tubes à fond conique de 15 mL.
- 5.13 Flacons pour échantillonneur automatique, de 1,5 mL, munis d'un septum recouvert de téflon (jetable).
- 5.14 Balance analytique, précise à 0,1 mg près.
- 5.15 Évaporateur rotatif, avec bain-marie réglé à 40 °C.
- 5.16 Turbo-évaporateur, avec bain-marie réglé à 40 °C.
- 5.17 Système d'extraction en phase solide (EPS) Supelco (ou l'équivalent).
- 5.18 Agitateur oscillant.
- 5.19 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.
- 5.20 Colonne pour CG – capillaire en silice fondue DB-5MS, 30 m x 0,25 mm de d.i. x 0,25 µm ou l'équivalent.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 D-4-Aminobiphényle (pureté de 98 % ou plus).
- 6.2 1-Aminonaphthalène (pureté de 95 % ou plus).
- 6.3 2-Aminonaphthalène (pureté de 95 % ou plus).
- 6.4 4-Aminobiphényle (pureté de 98 % ou plus).

Nota : le 3-aminobiphényle n'est pas disponible.

- 6.5 Acide chlorhydrique à 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 - type I (satisfaisant à la norme D 1193 de l'ASTM).
- 6.12 Solution d'hydroxyde de sodium, à 50 %.
- 6.13 Sulfate de sodium, en granules.
- 6.14 Colonnes de Florisil pour l'EPS, remplissage de 1 g.
- 6.15 Florisil, désactivé, 60 - 100 mesh.
- 6.16 Anhydride pentafluoropropionique (PFPA), qualité réactif.
- 6.17 Triméthylamine, à 40 % en poids dans l'eau.
- 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. Très 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 pendant 1 minute en créant un tourbillon, laisser reposer et transférer l'hexane dans un flacon de 1,5 mL pour échantillonneur automatique. Boucher et conserver à 4 °C.
- 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) pur dans une fiole jaugée de 25 mL et en complétant avec de l'éther diéthylique.
- 9.1.2 Préparer une solution mère primaire (1 mg/mL) en pesant avec précision 25 mg de 1-aminonaphthalène (1-amn) pur 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 (1-amn) pur 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 mère primaire de 4-amb, 500 µL de solution mère primaire de 1-amn et 500 µL de solution mère primaire de 2-amn avec de l'hexane, jusqu'à 10 mL.
- 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.
- 9.1.6** Solution d'étalon interne
- 9.1.6.1** Préparer une solution mère primaire (100 µg/mL) en pesant avec précision 10 mg de D₉-4-aminobiphényle (D₉-4amb) pur dans une fiole jaugée de 100 mL et en complétant avec de l'hexane.

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

- 9.2.1** Préparer la solution d'étalon interne qui servira au dopage en diluant 100 µL de la solution mère primaire de D₉-4-aminobiphényle jusqu'à 50 mL avec de l'hexane.

9.3 Étalons de travail

- 9.3.1** Étalon 1 (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 PFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Traiter comme pour l'extraction en phase solide.
- 9.3.2** Étalon 2 (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 PFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Traiter comme pour l'extraction en phase solide.
- 9.3.3** Étalon 3 (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 PFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Traiter comme pour l'extraction en phase solide.
- 9.3.4** Étalon 4 (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 PFPA, agiter en

créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Traiter comme pour l'extraction en phase solide.

9.3.5 Étalon 5 (2 ng/mL de 4-amb et 10 ng/mL de 1- et de 2-amn) – Ajouter 0,1 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 PFPA, agiter en créant un tourbillon et laisser reposer au moins 30 minutes. Traiter comme pour l'extraction en phase solide.

10 ÉCHANTILLONAGE

10.1 L'échantillonnage des produits du tabac à analyser doit être fait conformément aux conditions définies dans 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.

13 PRODUCTION DES ÉCHANTILLONS

13.1 Les cigarettes doivent être fumées et la matière particulaire totale doit être piégée conformément aux conditions définies dans la méthode T-115.

13.1.1 Le fumage est réalisé en utilisant en alternance 10 canaux d'une machine à fumer rotative à 20 canaux. La machine est réglée pour une durée de bouffée de deux secondes à des intervalles de quatre secondes.

13.1.2 La fumée principale de tabac est piégée sur un tampon central de 92 mm.

- 13.1.3** Après le fumage, plier le tampon en quatre et le mettre dans un erlenmeyer. Ajouter 100 mL de solution de HCl à 5 %, puis boucher. Conserver à 4 °C jusqu'au moment de l'extraction.

14 ANALYSE

14.1 Extraction liquide-liquide

- 14.1.1** Bien mélanger l'échantillon avec un agitateur oscillant pendant 30 minutes.
- 14.1.2** À l'aide d'un entonnoir filtrant garni d'un tampon de laine de verre, filtrer le contenu du flacon dans une ampoule à décanter. Rincer le flacon trois fois avec du HCl à 5 % et verser le liquide de rinçage dans l'ampoule à décanter.
- 14.1.3** Ajouter 100 µL de solution d'étalon interne pour dopage dans l'ampoule à décanter. Boucher et agiter.
- 14.1.4** Ajouter 50 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à décanter. 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 à décanter. 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 solution de NaOH. S'il faut ajouter plus de 20 mL de solution 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 à décanter 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 renverser l'ampoule et ouvrir soigneusement le robinet pour purger l'ampoule, et ce, 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, en récupérant le liquide de rinçage dans un ballon de 500 mL. Jeter le liquide de rinçage.
- 14.1.10** Soutirer la couche inférieure (aqueuse) de l'ampoule à décanter 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 le ballon de 500 mL.

14.1.12 Remettre le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter et ajouter 50 mL d'hexane. Agiter très soigneusement et laisser décanter.

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 sur évaporateur rotatif.

14.2.2 Préparer une colonne de Florisil en ajoutant 2 g de Florisil à un tube de Florisil de 1 g. 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 avec).

14.2.5 Verser la solution 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 léger courant d'azote (de 3 à 5 lb/po²).

14.2.9 Au besoin, ajuster le volume 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 Conditions de fonctionnement du CG/SM

14.3.1	Température de l'injecteur	60 °C pendant 0,5 minute 200 °C par minute jusqu'à 280 °C, maintenir à 280 °C jusqu'à la fin de l'analyse.
14.3.2	Température de la colonne	80 °C pendant deux minutes 10 °C par minute jusqu'à 220 °C 20 °C par minute jusqu'à 280 °C maintenir à 280 °C pendant trois minutes.
14.3.3	Température de la ligne de transfert	250 °C.
14.3.4	Température du manifold	240 °C.
14.3.5	Pression en tête de colonne	12 lb/po ²
14.3.6	Volume injecté	1-2 µL.
14.3.7	Gamme de balayage	100 à 330 uma.
14.3.8	Pics des ions utilisés	m/z 315 pour les analytes (3- et 4-aminobiphényles) m/z 324 pour l'étalon interne (D ₉ -4-aminobiphényle) m/z 289 pour les analytes (1- et 2-aminonaphthalènes).

14.4 Dès le début de l'analyse, tracer 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), en utilisant les cinq étalons de travail. Le dosage est réalisé à l'aide de la méthode de l'étalon interne fournie avec le logiciel du CG/SM. Une courbe d'étalonnage pour le 3-aminobiphényle est tracée 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, on analyse un étalon pour 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.

14.6 La concentration de chaque analyte, en ng/cigarette, est calculée de la manière suivante :

$$\text{Analyte (ng/cigarette)} = \frac{\text{Quantité déterminée à partir de la courbe (ng/mL)} \times \text{volume final (1mL)}}{\text{Nombre de cigarettes}} .$$

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

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Chromatogramme typique

15.1.1 Voir l'annexe.

15.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.2.1 Un blanc de réactifs (BR) peut être analysé pour déterminer la présence d'amines aromatiques sur la verrerie ou dans les réactifs. 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 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 secondaire 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 ± 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)

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 0,01 ng/cigarette et une LDD d'environ 0,03 ng/cigarette.

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 Pierce recouvert de téflon. Utiliser une seringue étanche de 100 μ L 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 au réfrigérateur 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 septum 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 MODIFICATION POUR CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

16.1 Avec les marques de cigarettes à forte teneur en goudron ou dans des conditions intenses de fumage, ne pas fumer plus de cinq cigarettes.

17 RÉFÉRENCE

17.1 Pieraccini, G., F. Luceri et G. Moneti. 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, 1992, p. 406-409.

ANNEXE

Annexe 1 : Chromatogramme typique

