

N° : T - 106
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 7

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode s'applique à la détermination du pouvoir de rétention de la nicotine du filtre des cigarettes à bout-filtre par chromatographie en phase gazeuse (CG).

2 NORMES APPLICABLES

- 2.1 Méthode 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 Cinq cigarettes conditionnées sont fumées mécaniquement sur chacun des canaux d'une machine à fumer automatisée à volume constant, à 20 canaux, munie de tampons-filtres en fibre de verre conditionnés et prépesés. Les tampons-filtres sont pesés de nouveau après le fumage mécanique, la différence de poids étant égale à la matière particulaire totale (MPT). Les tampons-filtres et les bouts-filtres des cigarettes sont extraits séparément avec de l'isopropanol contenant des étalons internes. La nicotine contenue dans les extraits est dosée par chromatographie en phase gazeuse (CG) sur colonne à remplissage avec détection par ionisation de flamme (FID). L'efficacité du bout-filtre est égale au rapport entre la quantité de nicotine retenue par les bouts-filtres et la quantité totale de nicotine dans les tampons-filtres et les bouts-filtres.

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 fumage mécanique des produits du tabac et au dosage de la MPT, tel que défini dans la méthode T-115.
5.2 Équipement nécessaire au dosage de la nicotine, tel que défini dans la méthode T-115.
5.3 Équipement nécessaire au conditionnement des produits du tabac, tel que défini dans la méthode T-115.
5.4 Chiffons antistatiques.
5.5 Balance précise à au moins quatre décimales.
5.6 Flacons à sérum ambrés de 50 mL, avec bouchons garnis de téflon.

- 5.7 Agitateur secoueur à plateau, à régime constant.
- 5.8 Étuves pour sécher la verrerie.
- 5.9 Fioles jaugées – 10 et 25 mL.
- 5.10 Pipettes jaugées ou seringues étanches aux gaz (de 60 à 1000 µL).
- 5.11 Système CG Hewlett-Packard, modèle 5890, avec détecteur FID et échantillonneur automatique 6890 et ordinateur pouvant exécuter les logiciels Excel et HP GC, ou l'équivalent.
- 5.12 Colonne pour nicotine, 6' X 1/8" d.e. (2 m X 3,2 mm d.e.), en acier inoxydable; Apiezon L 16 %, KOH 2 %, Carbowax 20M 2 % sur chromosorb W; 80-100 mesh, ou l'équivalent.
- 5.13 Pipette à piston (Eppendorf, ou l'équivalent) avec pointes de pipette.
- 5.14 Fiole jaugée de 20 L.
- 5.15 Tube à dessécher.
- 5.16 Agitateur magnétique et barreau d'agitateur.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Matériel nécessaire au dosage de la nicotine, tel que défini dans la méthode T-115.
- 6.2 *Trans*-Anéthole (pureté minimum : 99 %), ou l'équivalent, comme étalon interne (ÉI).
- 6.3 Flacons pour échantillonneur automatique ambrés, bouchons garnis d'un septum en caoutchouc.
- 6.4 Parafilm®, ou l'équivalent.
- 6.5 Argon.

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 Préparation de la solution d'extraction

- 8.1.1 Préparer une solution d'extraction ayant une concentration d'étalon interne (ÉI) de 200 µL/mL d'isopropanol. Par exemple, pipetter 4 mL d'anéthole dans une fiole jaugée de 20 L. Compléter avec de l'isopropanol.
- 8.1.2 Conserver la solution d'extraction à l'obscurité, à la température ambiante; installer un tube à dessécher sur la fiole et maintenir une agitation lente et constante de la solution.
- 8.1.3 Préparer un blanc de la solution d'extraction et l'injecter sur le CG pour déterminer la présence de pics d'interférence.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Préparation des étalons pour le système CG

9.1.1 Solution mère de nicotine

Nota : Porter des gants et travailler sous la hotte; la toxicité de la nicotine est très élevée.

9.1.1.1 Lors de l'ouverture d'une bouteille de nicotine, purger celle-ci avec de l'argon et la conserver à 4 °C. Éliminer la bouteille un mois après son ouverture.

9.1.1.2 Peser environ 100 mg de nicotine pure, à l'aide d'une pipette à piston, dans une fiole jaugée de 25 mL sèche et compléter avec la solution d'extraction.

9.1.2 Étalons

9.1.2.1 Rincer huit fioles jaugées de 10 mL sèches avec la solution d'extraction.

9.1.2.2 Pipetter 60, 100, 160, 300, 500, 800, 1200 et 2400 µL de la solution mère de nicotine dans les fioles jaugées de 10 mL correspondantes.

9.1.2.3 Compléter avec la solution d'extraction et mélanger.

9.1.2.4 Rincer les flacons de 2 mL pour CG jumelés aux étalons à l'aide d'une petite portion de chaque solution étalon.

9.1.2.5 Transvider des portions des solutions étalons dans les flacons de 2 mL pour CG rincés.

9.1.2.6 Analyser, en même temps que les étalons, le contenu d'un flacon renfermant uniquement de la solution d'extraction, pour déterminer l'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage.

9.1.2.7 Recouvrir les fioles de solutions étalons de Parafilm et les conserver à l'obscurité.

9.1.2.8 Préparer de nouvelles solutions mères et de nouvelles solutions étalons une fois par semaine ou lors de la préparation d'une nouvelle solution d'extraction.

10 ÉCHANTILLONNAGE

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

11 PRÉPARATION DES PRODUITS DU TABAC

11.1 Préparation des cigarettes à fumer

11.1.1 Le conditionnement des cigarettes doit être effectué conformément à la méthode T-115.

11.1.2 La longueur de mégot des cigarettes doit être indiquée 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 celles décrites à 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 celles décrites à la méthode T-115.

13 PRODUCTION DES ÉCHANTILLONS

13.1 Le fumage des cigarettes et le piégeage de la MPT doivent être effectués conformément à la méthode T-115, sauf pour les modifications décrites ci-après :

13.1.1 Fumer les cigarettes et conserver les mégots de chaque canal dans des récipients distincts jusqu'à ce que le fumage des cigarettes à analyser soit terminé.

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS**14.1 Extraction (Tampons-filtre)**

14.1.1 Une fois la série d'analyses terminée, retirer les porte-filtres de la machine à fumer et peser pour déterminer la MPT.

14.1.2 Ouvrir le porte-filtre et, en portant des gants et en utilisant des pinces propres, plier le tampon en quatre; s'assurer que la surface recouverte de MPT est à l'intérieur.

14.1.3 Essuyer la surface interne du porte-filtre avec la partie propre du tampon, puis déposer celui-ci (surface recouverte de MPT vers le haut) dans un flacon à sérum ambré de 50 mL sec et étiqueté.

14.1.4 Ajouter 20 mL de la solution d'extraction au flacon et fermer avec un bouchon garni de téflon.

14.1.5 Préparer trois blancs pour chaque série d'analyses. Placer un tampon conditionné dans trois flacons à sérum de 50 mL secondes; les traiter comme des échantillons.

14.1.6 Agiter les flacons pendant 30 minutes sur un agitateur-secoueur.

14.1.7 Rincer deux flacons pour échantillonneur automatique avec une portion du contenu du flacon à sérum et jeter le liquide de rinçage. Remplir les flacons, les boucher et les étiqueter (n° de série d'analyses et n° du canal, A ou B). Insérer les flacons A sur le plateau de l'échantillonneur automatique du CG pour les analyser.

14.1.8 Conserver les flacons B à l'obscurité et les utiliser au besoin.

14.2 Extraction (bouts-filtre des mégots)

- 14.2.1** Retirer des mégots de cigarettes (section 13.1.1) tout excès de tabac n'ayant pas brûlé, puis jeter.
- 14.2.2** Retirer soigneusement le papier-filtre qui enveloppe le bout-filtre.
- 14.2.3** Déposer le bout-filtre du mégot dans un flacon à sérum ambré de 50 mL.
- 14.2.4** Répéter l'opération pour les quatre autres mégots.
- 14.2.5** Une fois les cinq bouts-filtres dans le flacon, ajouter 20 mL de solution d'extraction et effectuer l'extraction de la manière décrite dans les sections 14.1.6 à 14.1.8.

Nota : Si un bout-filtre contient plus d'un élément ou plus d'une section (par exemple, du charbon actif), il faut habituellement évaluer le pouvoir de rétention de chaque élément séparément. Les sections sont alors déposées dans des flacons distincts et analysées séparément.

14.3 Analyse instrumentale : Conditions typiques du CG

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

Détecteur à ionisation de flamme (FID) :

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

- 14.4** Injecter 2 µL d'étalon et d'échantillon sur la colonne CG.
- 14.5** Les données chromatographiques sont recueillies sur l'ordinateur relié au CG à l'aide du logiciel HP Chemstation, ou l'équivalent.

14.6 Calculs

14.6.1 Courbe d'étalonnage

- 14.6.1.1** Lors de la préparation de nouvelles solutions d'extraction, ré-étalonner le CG afin de déterminer de nouvelles pentes et de nouvelles valeurs pour l'ordonnée à l'origine, qui serviront pour le calcul de la teneur en nicotine, et afin de détecter toute variation dans le fonctionnement du CG. Il faut ré-étalonner lors de la préparation de nouvelles solutions mères et de nouveaux étalons.

14.6.1.2 Préparer une courbe d'étalonnage à partir des étalons de travail. Effectuer les dosages à l'aide des calculs relatifs aux étalons internes.

14.6.1.3 Déterminer les rapports à partir des chromatogrammes. Les rapports pour la nicotine sont calculés en divisant l'aire sous le pic de la nicotine par l'aire sous le pic de l'ÉI. Tracer ce rapport en fonction de la teneur prévue, en mg/cigarette, pour obtenir la pente et l'ordonnée à l'origine pour la nicotine.

14.7 Calculs pour les échantillons

14.7.1 MPT

MPT (mg/cigarette) = [Poids-tampon après (g) – poids-tampon avant (g)] x 1000(mg/g) / nombre de cigarettes.

14.7.2 Teneur en nicotine des extraits

La teneur en nicotine est calculée à partir de la courbe d'étalonnage et est exprimée en mg/cigarette.

14.7.3 Efficacité du bout-filtre

L'efficacité du bout-filtre est calculée pour chaque échantillon à l'aide de la formule suivante :

$$R = F/(M+F) \times 100$$

où	R	=	% de nicotine retenue par le bout-filtre.
	F	=	teneur en nicotine du bout-filtre (mg/cigarette).
	M	=	teneur en nicotine du tampon-filtre (mg/cigarette).

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Récupération et niveaux de contamination

15.1.1 Les blancs de réactifs (BR) sont utilisés pour déterminer le niveau de contamination des réactifs par la nicotine (y compris la verrerie et les tampons-filtres). Les résultats obtenus pour la teneur en nicotine des BR sont généralement du type ND (non détectés).

15.1.2 Les blancs fortifiés (BF) sont utilisés pour évaluer l'importance des pertes possibles d'analytes au cours de l'extraction. Préparer un BF en dopant un tampon-filtre conditionné avec une quantité connue de la solution étalon de nicotine. Il faut analyser un BF chaque fois que la validité des résultats est mise en doute; toutefois, vu la simplicité de la méthode d'extraction et l'emploi d'étalons internes, il n'est pas nécessaire d'analyser régulièrement un BF. Le taux typique de récupération de nicotine d'une série de six BF (avec tampons-filtres dopés) est de $100,3 \pm 0,3$ % en moyenne.

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

15.2.1 Analyser un échantillon ayant une faible teneur en analyte ou analyser l'étalon le moins concentré. Déterminer l'écart-type de 10 résultats; la LDM est égale à trois fois l'écart-type. La LDD correspond à 10 fois l'écart-type.

15.3 Stabilité des réactifs et des échantillons

15.3.1 Envelopper les contenants de solutions étalons avec du Parafilm® et les conserver à l'obscurité. Les solutions sont stables pendant environ une semaine.

15.3.2 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 à la nicotine, préparer une nouvelle solution d'extraction à chaque semaine.

15.3.3 Les bouteilles de nicotine, une fois ouvertes, ne doivent pas être utilisées pendant plus d'un mois. Purger les bouteilles ouvertes avec de l'argon et les conserver à 4 °C.

16 MODIFICATIONS POUR DES CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

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

17 RÉFÉRENCE

17.1 Station de recherche d'Agriculture Canada, Delhi (Ontario., *Methods of Analysis*, Part V. Filter Efficiency Test [*Méthodes d'analyse*, Section V. Essai pour la détermination de l'efficacité du bout-filtre, juillet 1974].