

N° : T - 107
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 8

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode s'applique au dosage de l'acide cyanhydrique (HCN) dans la fumée principale de tabac piégé sur des disques (tampons) filtrants en fibre de verre et présent dans la phase vapeur, à l'aide d'un analyseur automatisé à débit continu.

2 MÉTHODES APPLICABLES

- 2.1 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D 1193-77 – Standard Specifications 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 DÉFINITION

- 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 par canal sur des canaux alternés d'une machine à fumer linéaire automatisée à volume constant. La fumée est piégée sur un tampon conditionné et dans un piège contenant du NaOH 0,1 N monté directement en aval du tampon.

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

- 4.2 Le tampon est extrait avec 40 mL de NaOH 0,1 N sur un agitateur oscillant pendant 30 minutes.
- 4.3 L'extrait du tampon et les solutions de piégeage sont analysés à l'aide d'un colorimètre automatique à débit continu dans lequel chaque échantillon subit une dilution. L'acide cyanhydrique contenu dans l'échantillon est transformé en chlorure de cyanogène par réaction avec une solution aqueuse de chloramine-T. Le chlorure de cyanogène réagit ensuite avec la pyridine et forme l'aldéhyde glutaconique qui, par réaction avec un composé de la pyrazolone, forme un complexe coloré. Un seul canal analyse le complexe qui est dosé par comparaison avec des étalons externes.

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. L'analyse doit être effectuée en une journée et les solutions usées de cyanure de potassium doivent être conservées afin d'être ultérieurement éliminées par une firme autorisée à recycler les produits chimiques. Tout pipetage doit être effectué mécaniquement.

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 analytique précise à quatre décimales.
- 5.5 Erlenmeyers de 125 mL, en polyméthylpentène (PMP), avec bouchons à vis (ou l'équivalent).
- 5.6 Agitateur oscillant.
- 5.7 Seringue jetable, 5 cm³.
- 5.8 Filtres à seringue – Nalgène SFCA (25 mm) (ou équivalent).
- 5.9 Autoanalyseur à débit continu, contrôlé par ordinateur (ou l'équivalent), comprenant les éléments suivants :
 - 5.9.1 Échantillonneur automatique Technicon IV;
 - 5.9.2 Pompe péristaltique Technicon II;
 - 5.9.3 Collecteur pour HCN;
 - 5.9.4 Colorimètre à canal simple, muni d'une cuve à circulation de 15 mm et d'un filtre à 540 nm.
- 5.10 Impacteurs de 70 mL, avec frités grossiers.
- 5.11 Éprouvettes à joint en verre rodé.
- 5.12 Éprouvettes graduées de 50 mL.
- 5.13 Entonnoir filtrant en verre.
- 5.14 Agitateur magnétique - Corning PC351.
- 5.15 Micropipette à piston, de 1000 µL, à volume réglable.
- 5.16 Récipients à échantillon pour analyseur automatique.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Cyanure de potassium.
- 6.2 Chloramine-T.
- 6.3 Pyridine.
- 6.4 Hydroxyde de sodium.
- 6.5 3-Méthyl-1-phényl-2-pyrazolin-5-one.
- 6.6 Bispyrazolone.
- 6.7 Phosphate monopotassique.
- 6.8 Phosphate disodique.
- 6.9 Solution de Brij (30 %).
- 6.10 Eau de type I, conforme à la norme D1193 de l'ASTM.

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 Solution de chloramine-T

- 8.1.1 Ajouter 2 g de chloramine-T dans 500 mL d'eau de type I. Bien mélanger. Préparer une nouvelle solution chaque semaine.

8.2 Solution saturée de pyrazolone

- 8.2.1 Agiter 5 g de 3-méthyl-1-phényl-2-pyrazolin-5-one dans 2 L d'eau pendant cinq heures, à l'aide d'un agitateur magnétique.

8.3 Solution de pyridine-pyrazolone

- 8.3.1 Dissoudre 0,080 g de bispyrazolone dans 80 mL de pyridine dans une bouteille ambre, sur un agitateur magnétique pendant 30 minutes. Après que la solution soit complétée, ajouter 400 mL de solution saturée de pyrazolone et mélanger.

8.4 Solution tampon

- 8.4.1 Dissoudre 13,6 g de phosphate monopotassique et 0,28 g de phosphate disodique dans de l'eau de type I et diluer jusqu'à 1 L. Ajouter 0,5 mL de Brij-35 et mélanger.

8.5 Hydroxyde de sodium (0,1 N)

- 8.5.1 Ajouter 8 g de pastilles de NaOH dans 2 L d'eau de type I. Agiter jusqu'à dissolution complète.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Préparation des étalons de cyanure

- 9.1.1 Préparer une solution mère primaire équivalant à 500 ppm de HCN (60,2 mg de KCN dilué jusqu'à 50 mL avec du NaOH 0,1 N).
- 9.1.2 Diluer ensuite des portions de 0,1, 0,3, 0,5, 0,7, 0,9, 1,2 et 1,5 mL de cette solution jusqu'à 50 mL avec du NaOH 0,1 N. Ces étalons correspondent à des solutions renfermant 1, 3, 5, 7, 9, 12 et 15 ppm (: g/mL) de HCN. Préparer de nouvelles solutions étalons une fois par semaine.

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, à l'exception des modifications suivantes :
- 12.2.1.1** Verser 30 mL de NaOH 0,1 N dans les impacteurs devant servir au dosage du HCN en phase vapeur. Installer les impacteurs à la partie arrière de la machine à fumer. Un premier tube relie la partie supérieure de l'impacteur (raccord de tige interne) au porte-tampon, et un second relie le côté de l'impacteur à la source de vide du système (la seringue).
- 13 PRODUCTION D'ÉCHANTILLONS**
- 13.1** Fumer les cigarettes et prélever la MPT conformément à la méthode T-115.
- 14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS**
- 14.1 Extraction des tampons**
- 14.1.1** Retirer le tampon pour fumée principale de tabac, le plier en deux, puis encore en deux, la surface « propre » étant vers l'extérieur. Utiliser le tampon, tenu à l'aide de pinces propres, pour essuyer le porte-tampon. Déposer le tampon dans un erlenmeyer propre et étiqueté de 125 mL.
- 14.1.2** Ajouter 40 mL de NaOH 0,1 N à chacun des erlenmeyers contenant un tampon utilisé pour la série d'analyses, puis boucher les erlenmeyers.
- 14.1.3** Fixer les erlenmeyers, à l'aide de pinces, à l'armature de l'agitateur oscillant et agiter pendant 30 minutes. Le tampon devrait être désagrégé à la fin de la période d'agitation.
- 14.1.4** Filtrer directement l'extrait de tampon dans des flacons ou des récipients pour échantillon, étiquetés convenablement, à l'aide d'une seringue jetable de 5 cm³ munie d'un filtre à seringue.
- 14.1.5** Doser immédiatement (dans les 24 heures) le HCN dans la solution d'extrait de tampon.
-

14.2 Solution de piégeage

14.2.1 Utiliser la solution de NaOH 0,1 N servant au piégeage du HCN en phase vapeur pour rincer les parois et les tubes de l'impacteur. Verser ensuite cette solution dans des récipients pour échantillonneur automatique et effectuer le dosage du HCN pendant l'agitation des extraits de tampons.

14.3 Analyse en continu

14.3.1 L'échantillonneur automatique est utilisé à un rythme de 20 échantillons/heure et un rapport échantillon/solution de lavage de 2/1. Il faut compter un temps suffisant pour que le système se stabilise pendant que les réactifs y circulent.

14.3.2 N'effectuer une seconde analyse que si les résultats sont hors-échelle ou s'il y a un problème.

14.3.3 Les échantillons sont dilués pendant leur traitement en continu.

14.3.4 On procède à la correction de la ligne de base en plaçant à intervalles réguliers dans l'échantillonneur des récipients ne contenant que du NaOH 0,1 N

14.4 Calculs

14.4.1 Préparer une courbe d'étalonnage en traçant la concentration de HCN (en ppm) en fonction de la hauteur du pic, à l'aide des données obtenues avec les étalons.

14.4.2 Déterminer la concentration de HCN (en ppm ou en $\mu\text{g}/\text{mL}$) de chaque extrait, puis calculer la teneur en HCN, en microgrammes (μg) par cigarette, dans la fumée principale de tabac, à partir de la teneur des extraits des tampons et des impacteurs :

$$\text{HCN tampon } (\mu\text{g}/\text{cigarette}) = [\text{qté } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 40 \text{ (mL)}] / \text{nbre cigarettes fumées.}$$

$$\text{HCN impacteur } (\mu\text{g}/\text{cigarette}) = [\text{qté } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 30 \text{ (mL)}] / \text{nbre cigarettes fumées.}$$

$$\text{HCN total } (\mu\text{g}/\text{cigarette}) = \text{HCN tampon } (\mu\text{g}/\text{cigarette}) + \text{HCN impacteur } (\mu\text{g}/\text{cigarette}).$$

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Chromatogramme typique

15.1.1 Voir l'annexe 1.

15.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.2.1 Chaque série d'analyses doit aussi comprendre :

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

BR : Mettre un tampon-filtre conditionné dans un erlenmeyer propre de 125 mL, ajouter 40 mL de NaOH 0,1 N et boucher l'erlenmeyer.

- 15.2.1.2** Un blanc fortifié (BF) pour évaluer l'importance des pertes possibles d'analyte.

BF : Mettre un tampon-filtre conditionné dans un erlenmeyer propre de 125 mL, ajouter 39,6 mL de NaOH 0,1 N et 0,4 mL de solution mère renfermant 500 ppm de HCN et boucher l'erlenmeyer.

- 15.2.1.3** Une matrice fortifiée (MF) pour évaluer les effets de matrice possibles.

MF : Agiter les flacons, puis préparer quotidiennement une matrice fortifiée (MF) en utilisant une marque témoin :

MFA - Diluer 5 mL de l'extrait de tampon témoin jusqu'à 10 mL avec du NaOH 0,1 N.

MFB - Diluer 5 mL de l'extrait de tampon témoin avec 0,1 mL de solution mère renfermant 500 ppm de KCN, puis compléter à 10 mL avec du NaOH 0,1 N.

- 15.2.1.4** Analyser des étalons comme s'il s'agissait d'échantillons 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 résultats. Les valeurs typiques sont : 0,36 µg/mL, ce qui donne, pour l'impacteur, une LDM de 0,22 µg/cigarette et, pour le tampon, une LDM de 0,29 µg/cigarette.

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 résultats. Les valeurs typiques sont : 0,12 µg/mL, ce qui donne, pour l'impacteur, une LDD de 0,72 µg/cigarette et, pour le tampon, une LDD de 0,96 µg/cigarette.

15.4 Stabilité des réactifs et des échantillons

15.4.1 Préparer de nouvelles solutions mères primaires et de nouvelles solutions d'étalons de travail de KCN une fois par semaine.

15.4.2 Préparer de nouvelles solutions de réactifs pour l'analyseur automatique quotidiennement ou selon les besoins.

15.4.3 Analyser tous les échantillons dans les 24 heures suivant le moment où ils ont été obtenus.

16 MODIFICATIONS POUR CONDITIONS DE FUMAGE INTENSE

16.1 Dans des conditions de fumage intense, le nombre de cigarettes peut être réduit de cinq à un ou deux.

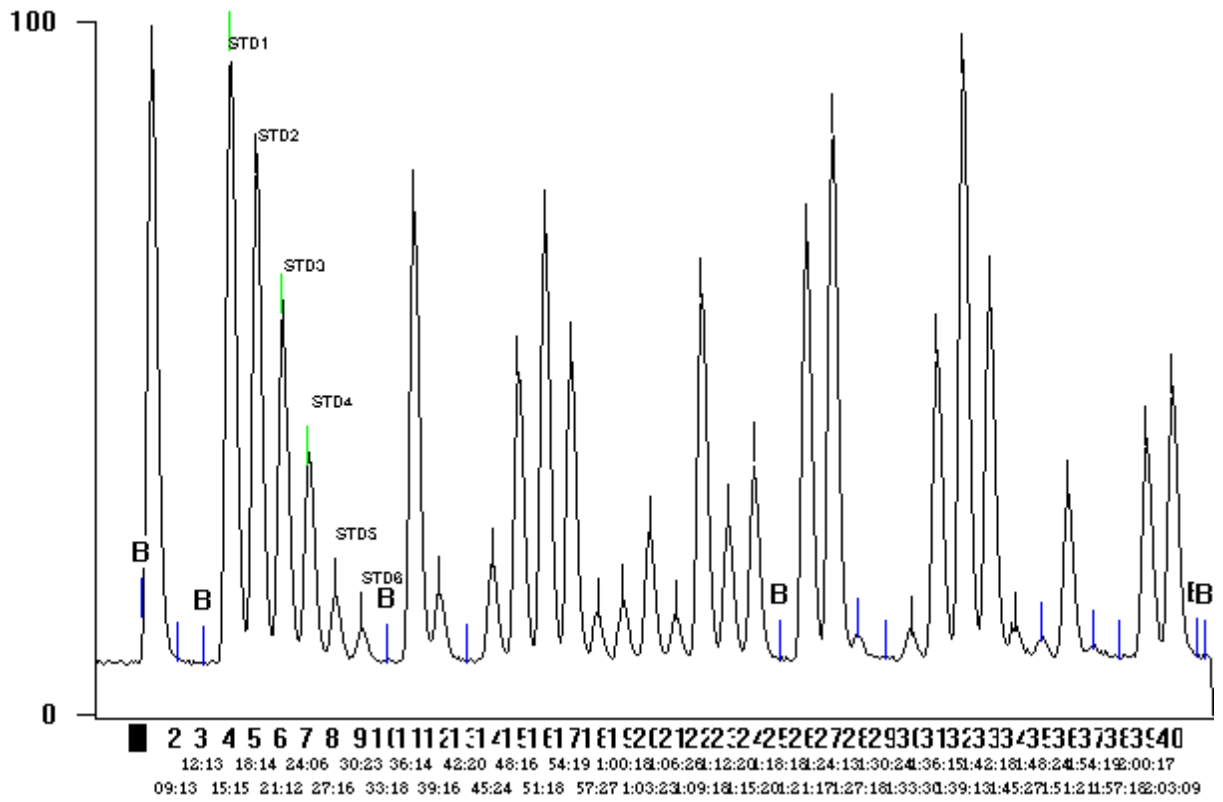
17 RÉFÉRENCES

17.1 Collins, P.F. et al. A Trapping System for the Combined Determination of Total HCN and Total Gas Phase Aldehydes in Cigarette Smoke, *Beitrag zur Tabakforschung*, Vol. 7, No.2, 1973.

17.2 Rickert, W. S., and P. B. Stockwell. Automated determination of hydrogen cyanide, acrolein, and total aldehydes in the gas phase of tobacco smoke, *J. Autom. Chem.*, 1, 1979, p. 152-154.

ANNEXE

Annexe 1 : graphique du signal de sortie du colorimètre



STD : étalon