

N° : T - 109
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 16

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode s'applique au dosage du nickel (Ni), du plomb (Pb), du cadmium (Cd), du chrome (Cr), de l'arsenic (As) et du sélénium (Se) dans la fumée principale de tabac par spectroscopie d'absorption atomique (AA) ou par spectroscopie d'émission atomique dans un plasma d'argon induit par haute fréquence (ICP/AES). Elle sert à doser ces métaux-traces toxiques dans la phase particulaire et dans la phase gazeuse de la fumée provenant de cigarettes, d'équivalents-cigarettes, de kreteks, de bidis et de cigares fumés mécaniquement avec une machine à fumer rotative.
- 1.2 Les métaux de la phase particulaire sont ceux qui constituent la matière particulaire totale (MPT) de la fumée principale de tabac et qui sont piégés sur un tampon-filtre en fibre de verre ou dans un précipitateur électrostatique.
- 1.3 Les métaux de la phase gazeuse sont ceux qui ont pu réagir pour former une espèce gazeuse ou qui sont présents dans la matière particulaire qui n'est pas piégée dans le condensat normal de la MPT.

2 NORMES APPLICABLES

- 2.1 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D1193-77, Standard Specifications for Reagent Water, Version 1977.
- 2.2 Méthode d'analyse 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 Le produit du tabac conditionné est fumé mécaniquement sur une machine à fumer rotative à 20 canaux. On utilise un précipitateur électrostatique pour précipiter la matière particulaire sur un tube de verre pour précipité électrostatique (PÉ). La matière particulaire totale (MPT) est ensuite extraite dans 25 mL de méthanol. On évapore ensuite la solution de méthanol en la chauffant légèrement sous un débit constant d'azote filtré de qualité UHP. L'échantillon est ensuite soumis à une digestion par micro-ondes dans un mélange d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène.
- 4.2 Les métaux présents dans la phase gazeuse sont piégés dans un impacteur contenant une solution d'acide nitrique à 10 % (v/v), monté entre le tube pour PÉ et le mécanisme de tirage de la machine. La solution de l'impacteur est ajoutée au récipient de digestion contenant le produit du tube pour PÉ et soumise à la digestion par micro-ondes.

- 4.3** Les produits de digestion sont ensuite analysés par spectroscopie d'absorption atomique sans flamme (ou absorption atomique en four de graphite). Cette méthode utilise des tubes de graphite encoisonnés à revêtement pyrolytique dont la résistance accrue aux acides augmente la durée utile des tubes et la sensibilité à l'analyte.

Nota : Le dosage du Cd, du Pb, du Ni et du Cr peut aussi être effectué par spectroscopie d'émission atomique dans un plasma d'argon induit par haute fréquence (ICP/AES) dans un appareil muni d'un nébuliseur à ultrasons permettant d'augmenter la sensibilité de la méthode.

- 4.4** On détermine la quantité présente en interpolant les courbes d'étalonnage pertinentes préparées à partir de solutions étalons aqueuses de métaux présentant la même concentration d'acide que les échantillons afin de minimiser l'effet de matrice. Pour certains métaux, il faut employer un modificateur de matrice pour empêcher la perte d'analyte durant l'analyse.

Nota : L'arsenic et le sélénium peuvent aussi être dosés par production d'hydrure à partir du borohydrure de sodium. Il faut s'assurer que les métaux sont au degré d'oxydation qui permettra de produire quantitativement l'hydrure; pour ce faire, effectuer une digestion secondaire et procéder avec extrême prudence. Il faut également que le produit de digestion subisse une dilution ultérieure, ce qui entraîne une perte de sensibilité.

Important : La pointe de l'électrode du précipitateur électrostatique doit être faite de tungstène ou plaquée de métaux qui ne perturberont pas l'analyse, par exemple Ag, Au, etc. La pointe de l'électrode du PÉ standard comporte un plaquage de nickel qui, s'il est rayé, donnera une concentration de fond élevée pour le Ni et le Cr.

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, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.2** Équipement nécessaire au conditionnement, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.3** Équipement nécessaire au marquage de la longueur des mégots, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.4** Impacteur de 70 mL, avec disque non fritté.
- 5.5** Tubes en tygon de ¼ po, qualité ester, ou l'équivalent.
- 5.6** Raccords en nalgène de ¼ po.
- 5.7** Azote comprimé, de qualité UHP.
- 5.8** Collecteur en verre avec robinets en téflon.
- 5.9** Système de digestion Tecator 1015, ou l'équivalent.
- 5.10** Piège à fumée central (précipitateur électrostatique, PÉ) Heinrich Borgwaldt, avec électrode en tungstène, ou l'équivalent.
- 5.11** Générateur de haute tension Heinrich Borgwaldt, modèle 251, ou l'équivalent.

- 5.12 Fioles jaugées de 10, 25, 50, 100 et 1000 mL.
- 5.13 Pipette à piston ou micropipettes pour la préparation des étalons de travail.
- 5.14 Pipette à piston (1-5 mL, à volume réglable).
- 5.15 Flacons de 125 mL, en PÉHD (polyéthylène haute densité).
- 5.16 Spectrophotomètre d'absorption atomique.
- 5.17 Atomiseur à tube de graphite.
- 5.18 Tubes encoignés Varian (revêtus), ou l'équivalent.
- 5.19 Lampes à cathode creuse pour Ni, Pb, Cd, Cr, As, Se et Hg.
- 5.20 Système de digestion par micro-ondes, avec réglages de température et de pression, ou l'équivalent.
- 5.21 Dispositifs (2) de récipients de digestion, ou l'équivalent.
- 5.22 Autre choix : appareil d'ICP simultané Varian Axial Vista, ou l'équivalent.
- 5.23 Nébuliseur à ultrasons Cetac U-5000AT, ou l'équivalent.

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Acide chlorhydrique (HCl) concentré – qualité dosage de métaux-traces, ou l'équivalent.
- 6.2 Acide nitrique (HNO₃) concentré – qualité dosage de métaux-traces, ou l'équivalent.
- 6.3 Eau de type I (tel que décrite dans la méthode ASTM D1193).
- 6.4 Méthanol – distillé en verre, ou l'équivalent.
- 6.5 Peroxyde d'hydrogène (32 %).
- 6.6 Acide phosphorique - qualité dosage de métaux-traces, ou l'équivalent.
- 6.7 Étalons de référence pour absorption atomique - solutions étalons de 1000 µg/mL.
- 6.8 *Nota* : Les étalons de référence doivent :
 - 1. être accompagnés d'un certificat d'analyse, et
 - 2. être traçables selon les normes du NIST (National Institute of Standards and Technology).

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.

Important : La propreté de la verrerie et du milieu où s'effectue l'analyse ont une incidence directe sur l'exactitude et la précision de la méthode. Pour obtenir des mesures exactes, il faut laver toute la verrerie avec du HCl dilué (1+1), puis la rincer avec de l'eau de type I, et ce, immédiatement avant son utilisation.

8 PRÉPARATION DES SOLUTIONS

- 8.1 **Solution de piégeage (HNO₃ à 10 % [v/v])**
 - 8.1.1 Verser environ 500 mL d'eau de type I dans une fiole jaugée de 1000 mL.
 - 8.1.2 Ajouter 100 mL de HNO₃ concentré.
 - 8.1.3 Compléter avec de l'eau de type I.

Nota : Lors de la dilution d'un acide concentré, il faut toujours ajouter l'acide à l'eau.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Solutions étalons et dilutions requises

9.1.1 Tous les étalons devant servir au dosage par AA en four de graphite doivent être préparés dans une solution à 10 % (v/v) de HNO₃.

Nota : Pour des raisons de stabilité, il y a lieu de diluer les étalons de travail avec le même acide que celui de la solution étalon primaire.

9.1.2 Pour des raisons de stabilité, la concentration de toutes les solutions étalons commerciales est de 1000 µg/mL.

9.1.3 **Étalon primaire** = 1000 µg/mL

9.1.4 **Étalon secondaire (As et Se)** = 1 mL d'étalon primaire dans 10 mL = 100 µg/mL

9.1.5 **L'étalon mixte contient :**

100 µL de chaque étalon primaire (Pb, Ni, Cd)

25 µL d'étalon primaire de Cr

100 µL d'étalon secondaire de As/Se

Diluer le tout jusqu'à 100 mL.

Concentrations : Pb, Ni et Cd = 1 µg/mL; Cr = 0,25 µg/mL;

As/Se = 0,10 µg/mL

9.1.6 **Préparation des étalons de travail (ng/mL) :**

Étalon n°	Étalon mixte (µL)	Volume final (mL)
0	0	100
1	250	100
2	500	100
3	1500	100
4	3000	100
5	5000	100

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 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 celles décrites dans la méthode T-115.

12.2 Conditions relatives à la machine à fumer

Les conditions relatives à la machine à fumer doivent être celles décrites dans la méthode T-115 (sauf pour les modifications suivantes) :

12.2.1 Relier le piège électrostatique à électrode de tungstène du précipitateur électrostatique (PÉ) à la machine à fumer à 20 canaux, selon les instructions du fabricant.

12.2.2 Régler le générateur de haute tension à 17,5 kV pour le champ électrostatique à l'intérieur du PÉ, avec une limite de courant de 0,2 mA.

NOTA : TOUJOURS METTRE LE GÉNÉRATEUR HORS TENSION LORS DES RÉGLAGES DU TUBE DU PÉ ET DU SYSTÈME DE FUMAGE.

12.2.3 Régler le panneau de commande de la machine à fumer : durée des bouffées de 2,0 secondes; pause de 1 seconde; fréquence des bouffées de une par 60 secondes.

12.2.4 À l'aide de tubes de tygon, relier un impacteur de 70 mL contenant 20 mL de HNO₃ à 10 % au porte-tube pour PÉ et au porte-filtre auxiliaire situé sur le panneau de commande pneumatique.

12.2.5 Régler le panneau de commande pneumatique de la machine à fumer pour obtenir un volume de bouffée de 35 mL (\pm 0,2 mL) (le tube pour PÉ et l'impacteur étant déjà installés) et un temps de balayage de 1,85 seconde.

13 PRODUCTION D'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 suivantes.

13.1.1 Insérer le tube pour PÉ à l'arrière de l'appareil, puis insérer l'autre bout dans le chapeau de la machine à fumer. Serrer les deux extrémités avec soin.

13.1.2 À l'aide de tubes de tygon, relier en série l'impacteur de 70 mL contenant 20 mL de HNO₃ à 10 % au support du tube pour PÉ et à la cassette porte-filtre auxiliaire située sur le panneau de commande pneumatique.

13.1.3 Remettre le tampon-filtre dans la cassette porte-filtre auxiliaire sur le panneau de commande pneumatique.

13.1.4 Vérifier l'étanchéité de l'installation.

- 13.1.5 Charger 20 cigarettes sur les canaux de la machine à fumer à l'aide du bouton de chargement et du positionneur.
- 13.1.6 Mettre en marche le générateur du PÉ. Lorsque l'aiguille indique 17,5 kV, allumer les cigarettes à l'aide d'un briquet électrique.
- 13.1.7 Une fois le fumage terminé, tirer trois bouffées de rinçage pour s'assurer que toute la fumée contenue dans le volume mort du système est passée dans l'impacteur et dans le tampon auxiliaire.
- 13.1.8 Une fois le fumage terminé, noter le courant, en milliampères(mA), sur le bloc d'alimentation.
- 13.1.9 Mettre le générateur du PÉ hors tension. Attendre 10 secondes avant de passer à la prochaine étape.
- 13.1.10 Dévisser les raccords, retirer le tube pour PÉ et remettre les bouchons en place.
- 13.1.11 Peser le tube pour PÉ et noter le poids; calculer la quantité de MPT par cigarette à l'aide de la formule de la partie « Calculs ».

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

14.1 Préparation et digestion des échantillons

- 14.1.1 Verser 25 mL (une portion de 12 mL et une seconde de 13 mL) de méthanol dans le tube pour PÉ et bien agiter celui-ci pour extraire le résidu.
- 14.1.2 Transvider cette solution dans le récipient de digestion par micro-ondes en téflon (à garniture ACV).
- 14.1.3 Évaporer le méthanol sous un faible jet d'azote filtré, en chauffant légèrement dans un système de digestion de type bloc ou sur une plaque chauffante. Le résidu peut alors être digéré par le système de digestion par micro-ondes.
- 14.1.4 Ajouter 6 mL de HCl concentré au résidu.
- 14.1.5 Ajouter 2 mL de HNO₃ concentré à l'échantillon tout en agitant d'un mouvement de rotation, puis laisser reposer jusqu'à ce que la mousse disparaisse et qu'il n'y ait plus de vapeurs brun orangé (ce qui indique qu'il n'y a plus formation de NO_x).
- 14.1.6 Ajouter avec soin 8 mL de peroxyde d'hydrogène de manière à éviter toute effervescence violente.
- 14.1.7 Laisser reposer la solution jusqu'à ce que l'effervescence cesse (environ 10 minutes).
- 14.1.8 Transvider les solutions de piégeage des impacteurs dans le récipient de digestion.

-
- 14.1.9** Rincer les impacteurs avec deux portions de 5 mL de peroxyde d'hydrogène et les transvider dans le récipient de digestion.
- 14.1.10** Laisser reposer les échantillons jusqu'à ce que l'effervescence cesse (environ 10 minutes).
- 14.1.11** Installer la membrane de rupture et boucher le récipient de digestion
- 14.1.12** Installer le récipient de digestion sur le plateau rotatif et le verrouiller en place.
- 14.1.13** Choisir le récipient dont l'échantillon contient la plus grande quantité de MPT (c'est-à-dire l'échantillon le plus réactif) comme récipient de référence pour surveiller la température et la pression et de ce fait contrôler le processus de digestion.
- 14.1.14** Charger le plateau rotatif contenant les échantillons dans l'appareil de digestion par micro-ondes et amorcer le programme de digestion. Voir **l'annexe 2 : Paramètres de digestion par micro-ondes.**
- 14.1.15** Une fois l'étape de digestion terminée, retirer le plateau rotatif du four micro-ondes et laisser les échantillons refroidir jusqu'à la température ambiante avant d'ouvrir les récipients.
- 14.1.16** Examiner le produit de digestion. Si la digestion semble incomplète, remettre les récipients de digestion au four micro-ondes pour procéder à une digestion secondaire.
- 14.1.17** Une fois la digestion terminée, transvider le produit de digestion dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter avec l'eau de type I ayant servi au lavage du récipient de digestion.
- 14.1.18** Transvider le contenu de la fiole dans un flacon de 125 mL en PÉHD.

Nota : Les échantillons doivent être conservés sous leur forme la plus concentrée (tant pour l'analyte que pour l'acide) afin d'en assurer la stabilité. Les dilutions manuelles du produit de digestion ne se feront, au besoin, qu'au moment de l'analyse.

Nota : Doser le As et le Se dès que possible après la digestion (dans les 72 heures), car il y a dégradation, avec le temps, de la réponse obtenue avec ces éléments.

14.2 Dilutions des échantillons pour l'analyse élémentaire

- 14.2.1** La dilution de certains échantillons pourrait s'avérer nécessaire pour que leur absorbance se situe dans l'intervalle d'étalonnage approprié, avec un bon rapport signal/bruit et un effet de matrice minime. Comme l'effet de matrice n'est guère important, l'ajout d'étalons aux échantillons n'est pas nécessaire et un étalonnage ordinaire est habituellement suffisant.
- 14.2.2** Dans le cas du dosage du Cd et/ou du Pb, il peut être nécessaire d'effectuer avant l'analyse une dilution manuelle en transvidant 1000 µL du produit de digestion dans une fiole jaugée de 10 mL, puis en complétant avec de l'eau de type I.

Nota : Lorsque le dosage se fait par spectrométrie d'émission atomique dans un plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), on peut doser le Ni, le Cr, le Pb et le Cd sans dilution additionnelle des échantillons.

Nota : Dans le cas du As et du Se, il faudra peut-être utiliser une technique à injections multiples pour obtenir un signal de réponse satisfaisant de l'appareil.

Nota : Ces dilutions d'échantillons sont basées sur des valeurs « moyennes » signalées dans les publications. Il faudra peut-être les modifier selon : **1.** le pays d'origine des échantillons; **2.** l'année de production de l'échantillon (facteurs environnementaux); **3.** le type de sol et les conditions du sol dans lequel l'échantillon a été cultivé; **4.** le type de tabac utilisé dans l'échantillon; et **5.** l'étage foliaire d'où proviennent les feuilles de l'échantillon de tabac (s'il ne s'agit pas d'un produit fini obtenu par mélange).

14.3 Dosage du Ni, du Pb, du Cd, du Cr, du As et du Se par absorption atomique en four de graphite

14.3.1 L'analyse des échantillons est effectuée selon les paramètres donnés à l'**annexe 1 : Paramètres des instruments.**

Nota : Les paramètres peuvent varier d'un instrument à l'autre et ils doivent donc être optimisés pour l'instrument utilisé.

14.4 Dosage du Ni, du Pb, du Cd et du Cr par ICP-AES

14.4.1 Effectuer l'analyse des échantillons selon les paramètres donnés à l'**annexe 3 : Paramètres de l'instrument ICP-AES.**

Nota : Les paramètres peuvent varier d'un instrument à l'autre et ils doivent donc être optimisés pour l'instrument utilisé.

14.5 Calculs

14.5.1 Les résultats fournis par le logiciel de l'instrument sont en ng/mL en solution. Multiplier cette valeur par le facteur de dilution de l'échantillon et la diviser par le nombre de cigarettes fumées pour obtenir des données exprimées en ng/cigarette.

Résultat d'analyse (par cigarette) :

Analyte [ng/cigarette] = (Résultat d'analyse [ng/mL] x 100 mL x facteur de dilution add.) / Nbre de cigarettes (20)

14.5.2 Convertir en µg/cigarette les résultats exprimés en ng/cigarette en les divisant par 1000.

14.5.3 Calculer la teneur en matière particulaire totale, exprimée en mg/cigarette, en établissant la différence entre le poids du tube pour PÉ avant et après fumage, puis en divisant le résultat par le nombre de cigarettes fumées.

:

MPT [mg/cigarette] [Poids du tube pour PÉ après
PÉ (g)] x / 20

14.5.4 Résultat d'analyse (par mg de MPT), si désiré :

$$\text{Analyte [ng/mg MPT]} = \text{Analyte [ng/cigarette]} / \text{MPT [mg/cigarette]}$$

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ**15.1 Processus de contrôle lors du dosage des métaux**

15.1.1 Chaque série d'analyses devrait comprendre l'analyse de chacun des échantillons et blancs suivants pour chaque journée de fumage mécanique ou pour tout bloc de 24 analyses (20 à 22 échantillons véritables) :

Blanc de réactifs (BR) : pour déterminer la contamination de fond due aux solutions, à la verrerie et au matériel utilisés pour l'analyse.

Blanc fortifié (BF) : pour déterminer s'il y a eu perte d'analyte au cours du processus d'analyse.

15.1.2 Échantillon de référence ou témoin : pour déterminer la reproductibilité d'une analyse à l'autre pour l'ensemble de la méthode d'analyse.

15.1.3 Échantillon en double : pour déterminer la reproductibilité de la méthode au cours de la même série d'analyses ou dans le même lot d'échantillons

Nota : Nous recommandons comme évaluation initiale de la méthode et du matériel, d'analyser au moins 10 blancs avec cette méthode afin d'établir les paramètres de contrôle pour les niveaux prévus de contamination de fond, et ce, avant l'analyse de tout échantillon. L'obtention pour le BR de résultats situés à l'extérieur des limites de contrôle indique qu'il y a peut-être des problèmes de contamination ou qu'un matériel et des réactifs provenant de lots différents ont été utilisés.

15.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.2.1 Les taux de récupération du Ni, du Pb, du Cd et du Cr contenus dans le blanc fortifié (BF) se situent habituellement entre 85 et 115 %. La dispersion dans ce domaine est attribuée aux différences entre les blancs.

15.2.2 Les taux de récupération du As et du Se contenus dans le BF se situent entre 60 et 85 %. Ces taux inférieurs sont attribuables au surchauffage des échantillons lors de l'évaporation du méthanol.

15.2.3 La contamination, qui dépend du milieu ambiant du laboratoire d'analyse, doit être contrôlée pour chaque série d'échantillons qui sont digérés, puisqu'elle a une incidence sur la précision de l'analyse.

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

Nota : Des instruments différents auront une LDM et une LDD différentes selon le degré d'optimisation de l'instrument.

La LDM peut être définie comme suit

1. 0,004 unité (soit la masse caractéristique); OU
On peut aussi déterminer la LDM en analysant l'étalon le moins concentré sur une période de plusieurs jours. La LDM est égale à trois fois l'écart-type de ces résultats; OU
On peut aussi utiliser la méthode décrite au point numéro deux et

On peut calculer la LDM (en ng/cigarette) en multipliant la LDM obtenue (en ng/mL) par le volume final, puis en divisant par le nombre de

La valeur de la LDM (en ng/cigarette) peut être « rehaussée » modifiant le nombre de cigarettes fumées; toutefois, cette façon de procéder peut influencer sur l'importance de la contamination de fond

15.3.2

:

La concentration de l'étalon le moins concentré (à l'exception du

2. plus concentré, comme s'il s'agissait d'un échantillon, au moins 10 fois sur une période de plusieurs jours. La LDM est égale à dix fois
3. analyser le blanc.

La LDD peut être calculée (en ng/cigarette) en multipliant la LDD par le nombre de cigarettes fumées.

L'effet sur la LDD de la modification du nombre de cigarettes fumées et du nombre de cigarettes fumées par jour pour la LDM.

Stabilité des réactifs et des échantillons

15.4.1

une semaine.

15.4.2 Il faut préparer de nouveaux étalons de travail tous les deux jours.

15.4.3 Tous les échantillons doivent être analysés dans la semaine suivant la digestion, sinon ils doivent être digérés de nouveau.

16

- 16.1 Les modifications pour des conditions intenses de fumage comprennent habituellement une réduction du nombre de cigarettes (ou d'équivalents)

17 RÉFÉRENCES

- 17.1** Environmental Carcinogens - Selected Methods of Analysis, volume 8 - Some Metals: As, Be, Cd, Cr, Ni, Pb, Se, Zn, *IARC Scientific Publication*, n° 71, 1986, p. 129-138.
- 17.2** Perinelli, M.A. et Carugno, N. Determination of Trace Metals in Cigarette Smoke by Flameless Atomic Absorption Spectrometry, *Beitrag zur Tabakforschung International*, Band 9, Heft 4, juillet 1978, p. 214-217.
- 17.3** Bell, Paul et Mulchi, Charles L. Heavy Metal Concentrations in Cigarette Blends, *Tobacco Science*, vol. 34, 1990, p. 32-34.
- 17.4** Méthode 7300 du NIOSH, Elements (ICP), *NIOSH Manual of Analytical Methods*, volume 2, troisième édition, 1984.
- 17.5** Varian Analytical Methods for Graphite Tube Atomizers, Varian Australia Pty Ltd., publication n° 85-100848-00, 1988.
- 17.6** Gawalco, et al. Comparison of Closed-Vessel and Focused Open-Vessel Microwave Dissolution for Determination of Cadmium, Copper, Lead and Selenium in Wheat, Wheat Products, Corn Bran, and Rice Flour by Transverse-Heated Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, *Journal of AOAC International*, vol. 80, n° 2, 1997, p. 379-387.

ANNEXES

Annexe 1 : Paramètres typiques des instruments

Dosage par absorption atomique en four de graphite
de :

Ni

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : Absorbance
Mode d'étalonnage : Concentration
Mode de mesure : Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 4
Largeur de fente (nm) : 0,2
Hauteur de fente : Normale
Longueur d'onde : 232,0
Injection de l'échantillon : Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,1
Échantillons multiples : 1
Correction de fond : « On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite
du :

Pb

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : Absorbance
Mode d'étalonnage : Concentration
Mode de mesure : Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 5
Largeur de fente (nm) : 0,5
Hauteur de fente : Normale
Longueur d'onde : 283,3
Injection de l'échantillon : Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction de fond : « On »

Modificateur de matrice : acide phosphorique (1000 µg/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite du Cd
:**Paramètres de la méthode :**

Mode de fonctionnement :	Absorbance
Mode d'étalonnage :	Concentration
Mode de mesure :	Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) :	4
Largeur de fente (nm) :	0,5
Hauteur de fente :	Normale
Longueur d'onde :	228,8
Injection de l'échantillon :	Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) :	3,1
Échantillons multiples :	1
Correction de fond :	« On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite de Cr
de :**Paramètres de la méthode :**

Mode de fonctionnement :	Absorbance
Mode d'étalonnage :	Concentration
Mode de mesure :	Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) :	7
Largeur de fente (nm) :	0,2
Hauteur de fente :	Réduite
Longueur d'onde :	357,9
Injection de l'échantillon :	Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure :	3,2
Échantillons multiples :	1
Correction de fond :	« Off »

Modificateur de matrice : acide phosphorique (1000 µg/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite du :

As

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : Absorbance
Mode d'étalonnage : Concentration
Mode de mesure : Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 5
Largeur de fente (nm) : 0,2
Hauteur de fente : Normal
Longueur d'onde : 193,7
Injection de l'échantillon : Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction de fond : « On »

Modificateur de matrice : nitrate de nickel (100 µg/mL)

Dosage par absorption atomique en four de graphite du :

Se

Paramètres de la méthode :

Mode de fonctionnement : Absorbance
Mode d'étalonnage : Concentration
Mode de mesure : Hauteur du pic

Paramètres de l'instrument :

Courant de la lampe (mA) : 10
Largeur de fente (nm) : 1
Hauteur de fente : Normal
Longueur d'onde : 196,0
Injection de l'échantillon : Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) : 3,0
Échantillons multiples : 1
Correction de fond : « On »

Modificateur de matrice : nitrate de nickel (100 µg/mL)

Annexe 2 : Paramètres de digestion par micro-ondes

Paramètres de digestion par micro-ondes

Fabricant : CEM
 Modèle : MDS 2100
 Type de récipient de digestion : ACV – Récipients en composite haute performance

Programme pression/température/temps pour la digestion d'échantillons provenant de la fumée principale de tabac

Étape :	1	2	3	4	5
Puissance % :	70	70	70	0	100
Pression (lb/po ²) :	45	125	175	20	150
Temps d'exécution (min) :	20	10	30	20	20
Paramètre « Time at » :	8	8	25	20	10
Température :	95	135	190	25	190
Vitesse du ventilateur :	50 %	50 %	50 %	80 %	

Nota : La température et la pression sont les paramètres de contrôle de ce programme de digestion. Si la pression ou la température réglée n'est pas atteinte, le four micro-ondes fonctionne à la puissance désignée pour le temps d'exécution programmé (selon la fonction « Run Time »).

Programme pression/température/temps pour la digestion secondaire

Étape :	1	2	3	4
Puissance % :	75	75	75	0
Pression (lb/po ²) :	95	125	185	20
Température :	105	130	160	25
Temps d'exécution (min) :	15	20	20	20
Paramètre « Time at » :	10	15	15	20
Vitesse du Ventilateur :	50	50	50	50

Nota : Ces paramètres sont les paramètres recommandés au départ. La méthode de digestion doit être optimisée pour l'application particulière et pour l'instrument utilisé.

Annexe 3 : Paramètres de l'instrument ICP-AES

Puissance (kW) :	1,20
Débit du plasma (L/min) :	15,0
Débit auxiliaire (L/min) :	1,50
Débit du nébuliseur (L/min) :	0,65

	Ni	Pb	Cd	Cr
Longueur d'onde d'émission (nm)	221,648	220,353	214,439	267,716

Réglages pour l'injection des échantillons

Délai(s) de détection de l'échantillon :	40
Régime de la pompe (tours/min) :	20
Délai(s) de stabilisation de l'instrument :	15
Durée(s) du rinçage :	10

Réglages généraux

Échantillons subdivisés :	3
Durée(s) de lecture de l'échantillon subdivisé :	3,0
Nombre d'étalons :	5

Réglages du nébuliseur à ultrasons

Unité de chauffage :	140
Refroidisseur :	2