

N° : T - 113
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 13

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode permet de déterminer le pH de la fumée principale de tabac, bouffée par bouffée, afin d'observer les effets acide-base de la fumée principale de tabac sur un film aqueux durant le fumage. Elle s'applique aux cigarettes, aux équivalents-cigarettes, aux kreteks, aux bidis et au cigares.

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 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

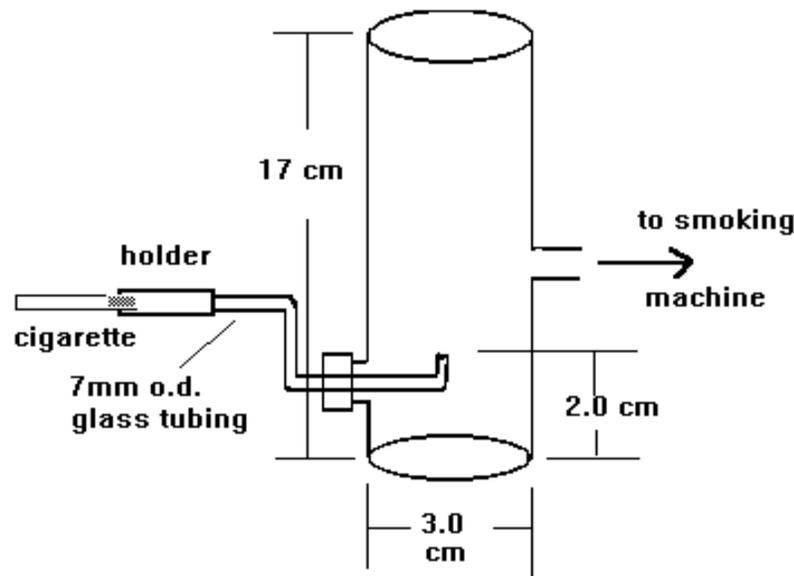
- 4.1 Dans cette méthode, on mesure le pH de chaque bouffée de fumée du courant principal, en plaçant une électrode combinée modifiée entre le produit du tabac et le filtre de la machine à fumer. On conditionne d'abord les cigarettes conformément à la méthode T-115, puis on procède au fumage sur une machine Borgwaldt à un canal. Cette électrode modifiée permet de surveiller les effets acide-base du condensat et de la phase gazeuse et d'obtenir de l'information, bouffée par bouffée, sur les effets chez le fumeur.
- 4.2 Dans cette méthode, on utilise un enregistreur graphique pour enregistrer avec précision les variations de pH au cours du processus de fumage.
- 4.3 On peut, en variante, transférer directement les données de pH à un chiffrier électronique, à des intervalles définis. Toutes les données doivent être portées sur un graphique, pour s'assurer de la présence des inflexions prévues au cours du processus de fumage.
- 4.4 On peut déterminer le pH moyen de la fumée de cigarette à partir de la valeur médiane du pH des bouffées individuelles **et/ou** à partir du nombre total de points de données transférées, si les données peuvent être transférées directement à un chiffrier électronique à des intervalles définis.

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 marquage de la longueur des mégots, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.3 Équipement nécessaire au conditionnement, tel que défini dans la méthode T-115.
- 5.4 pH-mètre Accumet 915 (Fisher Scientific), ou l'équivalent, avec RS232 et/ou signal de sortie analogique.
- 5.5 Compensateur automatique de température (Fisher Scientific, n° 13-620-16), ou l'équivalent.
- 5.6 Enregistreur graphique linéaire ou logiciel Labtronics pour le transfert direct de données.
- 5.7 Électrode combinée pour pH, avec référence interne Ag/AgCl et jonction céramique.
- 5.8 Fil de lin, 16/2.
- 5.9 Papier filtre Whatman.
- 5.10 Entonnoir en plastique d'un pouce de diamètre (pour éliminer la fumée latérale).
- 5.11 Pompe à vide.
- 5.12 Manchon en caoutchouc (normalement utilisé pour fixer les cigarettes au porte-cigarette).
- 5.13 Chambre de fumage en verre, comme celle décrite par A.J. Sensabough (voir Figure 1).
- 5.14 Linge antistatique.
- 5.15 Porte-cigarette en verre.
- 5.16 Rotamètre (pour régler le débit de la fumée latérale).



holder = porte-cigarette
 7 mm o.d. glass tubing = tube en verre de 7 mm de d.e.
 cigarette = cigarette
 to smoking machine = vers la machine à fumer

Figure 1 : Chambre de fumage servant à la détermination du pH de la fumée principale de tabac

6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Solution d'entreposage de l'électrode pour pH .
- 6.2 Solution de KCl 4M saturée avec la solution de remplissage pour électrode d'argent.
- 6.3 Tampon de pH 5, phtalate monopotassique.
- 6.4 Tampon de pH 6, phtalate monopotassique.
- 6.5 Tampon de pH 7, phosphate de sodium et de potassium.
- 6.6 Eau de type I, conforme à la norme D1193 de l'ASTM.
- 6.7 Méthanol.
- 6.8 Decon 75 (Decon) ou agent semblable pour le nettoyage de la verrerie.

7 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

- 7.1 Sans objet.

8 PRÉPARATION DES SOLUTIONS

-
- 8.1** Il n'y a aucune solution à préparer, car toutes les solutions tampons sont disponibles sur le marché.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Sans objet.

10 ÉCHANTILLONNAGE

10.1 Les échantillons des produits du tabac à analyser doivent être prélevés 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.

12 PRÉPARATION DE LA MACHINE À FUMER, DE L'ÉLECTRODE ET DU pH-MÈTRE**12.1 Conditions ambiantes**

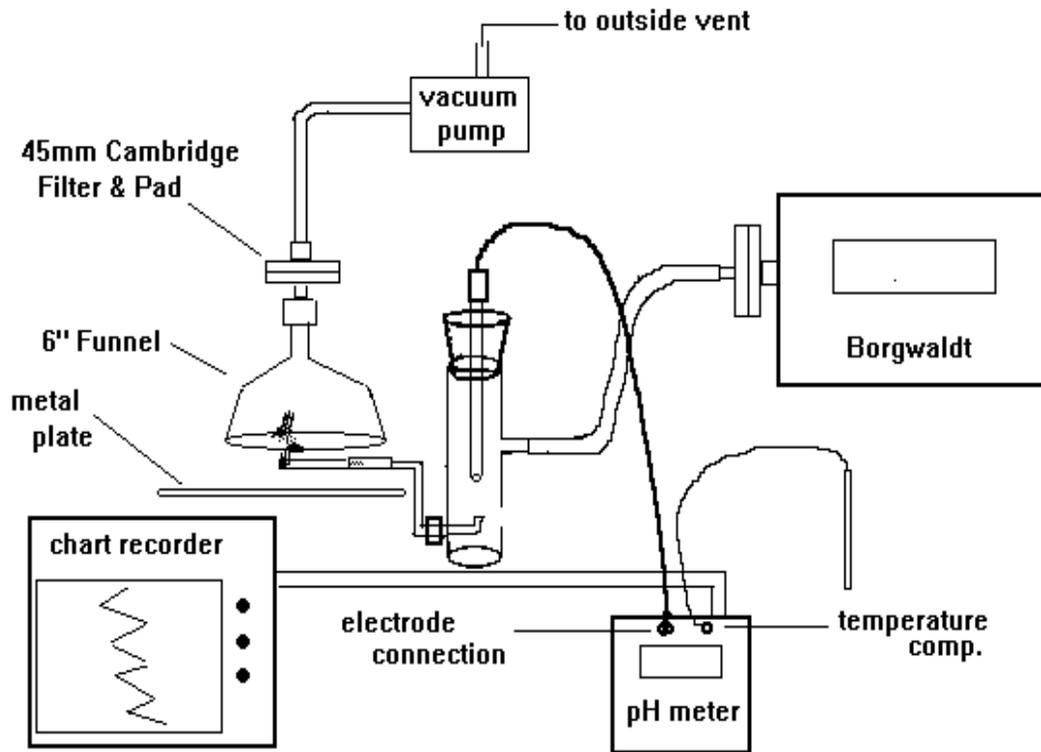
12.1.1 Les conditions ambiantes de fumage doivent être conformes à celles de la méthode T-115.

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, mais doivent également tenir compte des modifications suivantes.

12.2.2 Montage du train de fumage (préparation de la machine à fumer)

12.2.2.1 Monter un train de fumage de la manière décrite dans la méthode de A.J. Sensabough. La fumée latérale (non analysée) est évacuée de la zone de l'analyste grâce à un entonnoir placé au-dessus de la cigarette et branché à une pompe à vide réglée à un débit de 7,5 litres par minute (on peut aussi prévoir une autre méthode de ventilation pendant le fumage). La cigarette est positionnée de manière à ce que le cône de combustion soit sous le centre de l'entonnoir. On place une plaque métallique à 4 cm sous l'entonnoir, afin de créer une zone dans laquelle l'air s'écoule dans une seule direction. Les conditions de fumage doivent être appropriées pour ne pas modifier le profil de bouffée et les caractéristiques de la fumée latérale. L'appareil utilisé est illustré sur le diagramme suivantes (figure 2).



metal plate = plaque métallique
 to outside vent = vers l'extérieur
 vacuum pump = pompe à vide
 6" Funnel = entonnoir de 6 po
 Borgwaldt = Borgwaldt
 45 mm Cambridge Filter & Pad = tampon-filtre Cambridge de 45 mm

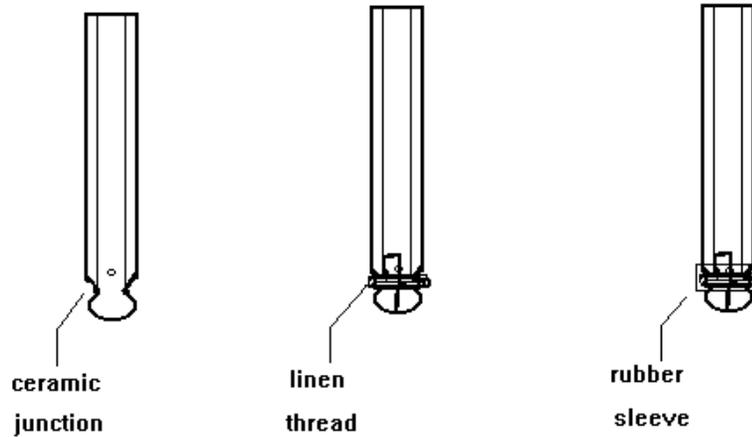
temperature comp. = compensation de température
 electrode connection = branchement de l'électrode
 pH meter = pH-mètre
 chart recorder = enregistreur graphique

Figure 2 : Montage du train de fumage

12.3 Modification de l'électrode pour pH

12.3.1 Enrouler un morceau de fil de lin de 15-22 centimètres (cm) autour du point de jonction de l'électrode, pour maintenir une barrière aqueuse sur l'électrode. Faire ensuite une boucle avec le fil à environ 1 cm au-dessus de la boucle, l'extrémité libre touchant tout juste le bord de la boucle. Utiliser un manchon en caoutchouc de 1 cm de largeur pour maintenir le fil en place (voir figure 3). Avant le fumage, plonger l'électrode dans les tampons appropriés pour l'étalonner.

**Ag/AgCl Combination Electrode Modification for the
Determination of pH in Whole Tobacco Smoke**



Ag/AgCl Combination Electrode Modification = Modification de l'électrode combinée Ag/AgCl
for the Determination of pH in Whole Tobacco = servant à la détermination du pH de la fumée de
tabac entier

ceramic junction = jonction en céramique
linen thread = fil de lin
rubber sleeve = manchon en caoutchouc

Figure 3 : Modification de l'électrode combinée

12.4 Étalonnage du pH-mètre et de l'enregistreur (le cas échéant)

12.4.1 Une fois l'électrode modifiée, étalonner le pH-mètre en utilisant des solutions tampons de pH 5,00 et de pH 7,00. L'efficacité de l'étalonnage doit se situer entre 0,90 et 1,05. La modification de l'électrode constitue peut-être un problème si l'efficacité se situe à l'extérieur de ces limites. Déterminer la précision du pH mesuré en utilisant une solution tampon de pH 6,00.

12.4.2 Brancher l'enregistreur au pH-mètre au moyen d'une fiche phono. Régler la plage du pH-mètre au maximum (tourner dans le sens horaire jusqu'au bout) pour transmettre le signal complet en millivolt (mV) à l'enregistreur. Régler la sensibilité de l'enregistreur à 50 mV. Régler l'atténuation de l'enregistreur de manière à ce qu'une unité de pH corresponde à la pleine échelle de l'enregistreur. Pour ce faire, enregistrer en alternance le pH de solutions tampons de pH 6,00 et 7,00.

12.4.3 Régler le zéro de manière à ce que les tampons de pH 6,00 et de pH 7,00 donnent zéro et 100 sur l'enregistreur, respectivement. Une fois l'enregistreur étalonné (l'atténuation a été réglée), il ne faut plus changer l'atténuation, sinon il faudra ré-étalonner l'appareil. Maintenant, ajuster le zéro en réglant le pH-mètre à une valeur quelconque (normalement

entre 60 et 80) avec la solution tampon de pH 6,00, de sorte que le pH mesuré soit dans l'échelle choisie.

Nota : Les étapes **12.4.2** et **12.4.3** ne sont pas nécessaires lorsqu'on transfère directement les données à un chiffrier électronique.

13 PRODUCTIONS D'ÉCHANTILLONS

- 13.1** Régler la machine à fumer de manière à obtenir le volume, la durée et la fréquence de bouffée précisés pour le type de produit de tabac dans la méthode T-115.

Nota : Le volume de bouffée est le volume mesuré au niveau de la cigarette ou du produit de tabac et qui tient compte du volume de « l'espace mort ».

- 13.2** Plonger l'électrode pour pH, qui a été modifiée, dans une solution tampon de pH 6,00.
- 13.3** Le cas échéant, régler le zéro de l'enregistreur de manière à ce que la valeur obtenue avec le tampon de pH 6,00 corresponde à une graduation principale (en général 60 ou 80).
- 13.4** Monter le train de fumage de la manière décrite à la Figure 3 (Montage du train de fumage), en essuyant toute la verrerie avec un linge antistatique pour réduire au minimum toute perturbation électrique potentielle.
- 13.5** Le cas échéant, mettre l'enregistreur en marche et régler la vitesse de défilement à 2 cm/min.
- 13.6** Retirer l'électrode de la solution tampon. L'essuyer avec un morceau de linge antistatique imbibé de solution tampon, de manière à ce qu'aucune goutte de solution ne soit visible sur la surface de l'électrode. S'assurer que l'électrode ne soit pas complètement sèche.
- 13.7** Placer l'électrode dans la chambre et noter la réponse. Le pH devrait être compris entre 5,9 et 6,1.
- 13.8** Avant d'allumer la cigarette, attendre 30 secondes pour que la chambre et l'électrode atteignent l'équilibre.
- 13.9** Placer la cigarette dans le porte-cigarette.
- 13.10** Mettre en marche la pompe à vide qui aspire la fumée latérale et, à l'aide du rotamètre, régler le débit à environ 7,5 L/minute.
- 13.11** Allumer la cigarette lors de l'aspiration de la première bouffée.
- 13.12** Après l'allumage de la cigarette, placer ensuite la plaque métallique à 4 cm de l'entonnoir. Régler la hauteur du porte-cigarette de manière à ce que ce dernier soit à environ 1 mm sous le bord de l'entonnoir.
- 13.13** Surveiller chaque bouffée au cours du processus de fumage. Un profil de bouffée approprié présente d'abord une chute du pH, puis une hausse du pH pendant l'aspiration de la bouffée. Le pH devrait atteindre un maximum peu de temps après la fin de la bouffée, puis redescendre lentement vers un minimum

avant la prochaine bouffée. Ce profil peut, selon la marque analysée, être légèrement différent pendant les deux premières bouffées.

- 13.14** Retirer le mégot du porte-cigarette quand le fumage est terminé et tirer deux bouffées de rinçage, tout en enregistrant le pH pendant l'intervalle prévu entre les bouffées. Le pH initial peut varier, mais la variabilité lors des bouffées de rinçage est beaucoup plus faible.

Nota : Lorsqu'on transfère directement les données à l'aide de l'interface RS232, arrêter le transfert de données dès la fin du fumage. N'enregistrer aucune bouffée de rinçage.

- 13.15** Mettre le pH-mètre en position attente et retirer l'électrode de la chambre de fumage.
- 13.16** Rincer l'électrode d'abord avec de l'alcool (pour éliminer tout produit organique ou goudron accumulé), puis avec de l'eau de type I.
- 13.17** Replonger l'électrode dans la solution de tampon et mesurer le pH pour voir si la réponse est demeurée constante. Si le pH s'écarte de plus de 0,05 unité du pH de la solution tampon, rejeter les résultats obtenus lors de cette série d'analyses, car la précision des données de pH est douteuse. Un ré-étalonnage de l'électrode peut s'avérer nécessaire.
- 13.18** Fermer l'enregistreur, mais continuer de mesurer le pH entre les séries d'analyses pendant le nettoyage, le séchage et le montage de la verrerie en vue de la prochaine série d'analyses.

Nota 1 : Après chaque série d'analyses, nettoyer la chambre de fumage et le porte-cigarette avec du Decon, de l'eau chaude du robinet, de l'eau de type I et du méthanol, puis les sécher avant de monter de nouveau le train de fumage. Ce nettoyage est nécessaire, car l'accumulation de goudron dans la chambre entraîne une baisse de pH lors des séries d'analyses suivantes. Nettoyer l'entonnoir servant à l'aspiration de la fumée latérale seulement à la fin de la journée, car cette fumée n'est pas analysée.

Nota 2 : Après chaque série d'analyses, changer au besoin le disque (tampon) filtrant en fibre de verre monté sur le circuit d'aspiration de la fumée latérale, car l'accumulation de goudrons sur celui-ci pourrait diminuer le débit.

Nota 3 : Contrôler l'état du tampon qui filtre la fumée principale de tabac et le changer au besoin pour éviter qu'il ne devienne saturé. Ce tampon n'a aucun effet sur le pH; cependant, le volume des bouffées peut varier et la machine à fumer pourrait être endommagée si le tampon devient saturé.

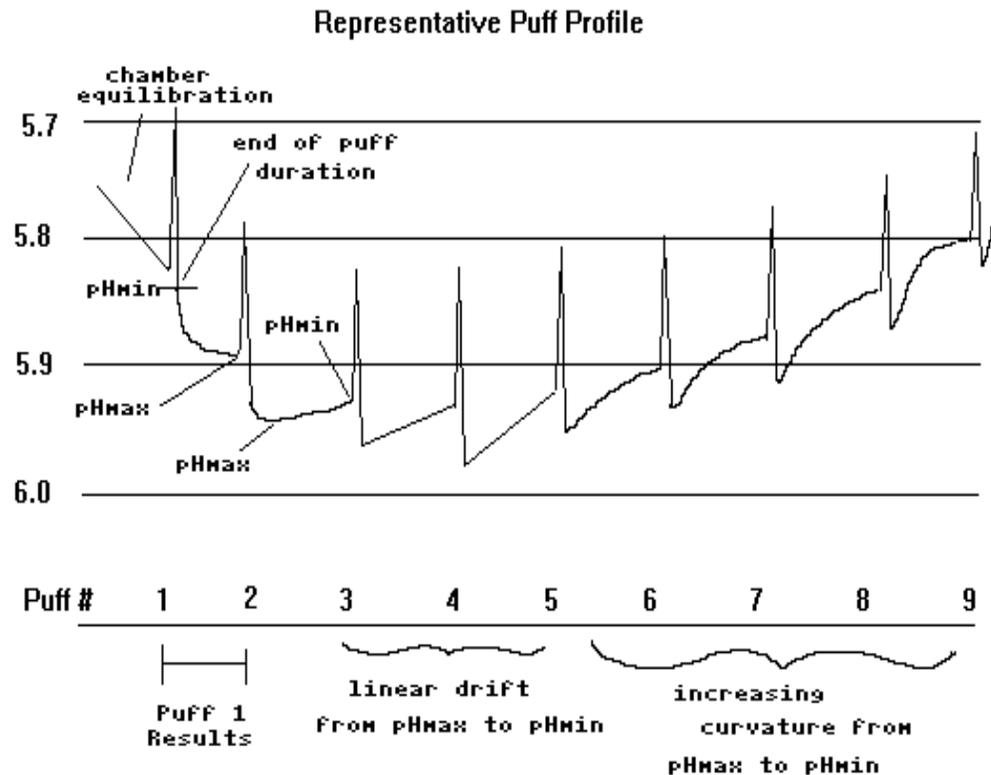
Nota 4 : La plupart des cigarettes présentent un profil de bouffée dans lequel le pH augmente jusqu'à un maximum au cours des premières bouffées, puis diminue graduellement jusqu'à ce que la cigarette soit éteinte. Lorsque l'électrode est étalonnée à un pH de 6,00, les cigarettes de certaines marques peuvent présenter un profil dans lequel le pH augmente ou diminue constamment. Dans ces cas, régler le pH de départ à 7,0 ou 5,0 pour obtenir le profil approprié pour une série d'analyses donnée.

Nota 5 : Il peut être nécessaire d'utiliser une solution tampon initiale différente pour d'obtenir un profil approprié, mais il est extrêmement important d'établir **un**

point de référence constant lorsque l'on **compare** des cigarettes mélangées (ou des cigares). La forme de la courbe et la reproductibilité seront considérablement affectées par l'utilisation d'un tampon différent.

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

- 14.1 Enregistrer le pH maximum (pH max.) et le pH minimum (pH min.) pour chaque bouffée. La variation de la réponse observée au cours de la bouffée (pic vers le bas) ne doit pas être utilisée lors de cette détermination.
- 14.2 Voir la figure 4 pour déterminer correctement le pH max. et le pH min.



Representative Puff Profile = Profil de bouffée représentatif

chamber equilibration = mise à l'équilibre de la chambre

end of puff duration = fin de la bouffée

Puff 1 Results = résultats pour la bouffée n° 1

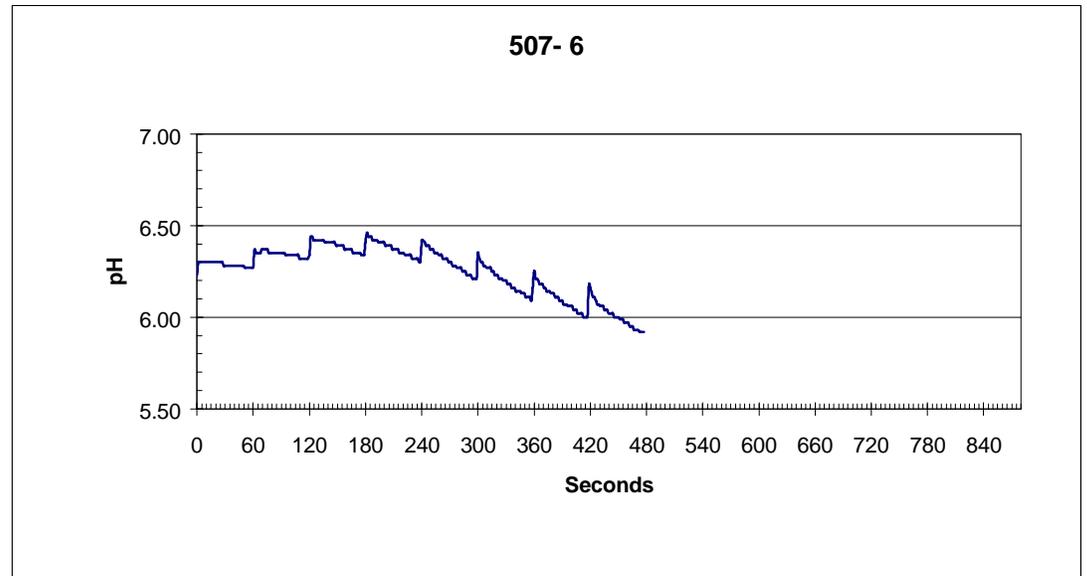
linear drift from pHmax to pHmin = dérive linéaire de pH max. vers pH min.

increasing curvature from pHmax to pHmin = courbure croissante de pH max. vers pH min.

Figure 4 : Variation du pH lors du fumage mécanique d'une cigarette.

- 14.3 Déterminer et rapporter la valeur médiane du pH lors de chaque bouffée pendant le fumage.

- 14.4** Si les données de pH sont transférées directement à un ordinateur par l'intermédiaire d'un câble RS-232, ces données donnent le profil suivant (lorsqu'on utilise un intervalle d'impression constant de 3,0 secondes ou moins) :



pH = pH
Seconds = Secondes

- 14.5** Comme les données sont transférées à toutes les trois secondes, la diminution initiale n'est pas observée et n'est pas utilisée lors du calcul du pH moyen.

Nota : Un intervalle d'impression de trois secondes est impossible avec certains pH-mètres. L'intervalle d'impression ne doit pas être supérieur à cinq secondes, et il faut tout mettre en œuvre pour que l'intervalle entre les bouffées soit un multiple de l'intervalle d'impression.

14.6 Calculs

- 14.6.1** Calculer le pH moyen en faisant la moyenne des valeurs médianes pour chaque bouffée.

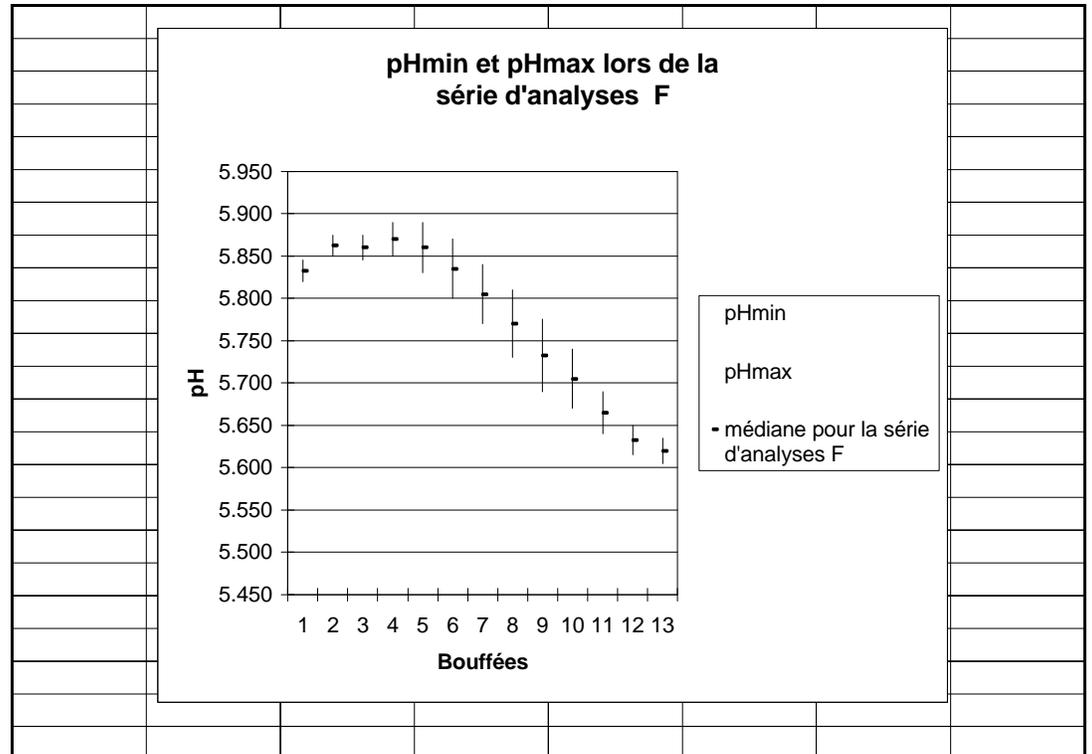
Nota : **Ne pas inclure** le pH des **bouffées de rinçage** dans le calcul du pH moyen du produit du tabac.

- 14.6.2** Si les données de pH sont directement transférées à un ordinateur par l'intermédiaire d'un câble RS-232, calculer le pH moyen en faisant la moyenne de tous les points transférés, à la condition que le transfert ait été réalisé à des intervalles d'impression constants.

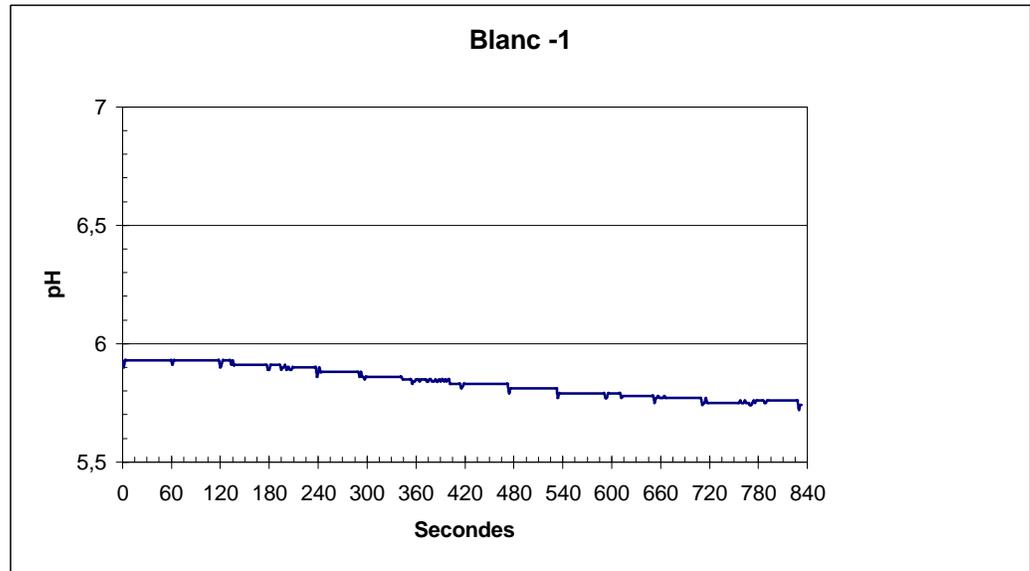
Nota : Le transfert de données est arrêté immédiatement après l'extinction de la cigarette.

15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ**15.1 Profil de bouffée typique**

15.1.1 Un graphique du pH min, du pH max et du pH moyen en fonction du nombre de bouffées devrait présenter un profil similaire à celui de la figure ci-après. Le profil peut être très différent si la réponse de l'enregistreur est médiocre (probablement en raison d'une électrode inadéquatement modifiée).



- 15.2** Voici le graphique obtenu avec un blanc, pour indiquer qu'il ne s'agit pas simplement d'une variation causée par l'écoulement de l'air sur l'électrode :



15.3 Taux de récupération et niveaux de contamination

15.3.1 Sans objet.

15.4 Limite de détection de la méthode (LDM) / Limite de dosage (LDD)

15.4.1 Sans objet.

15.5 Stabilité des réactifs et des échantillons

15.5.1 Sans objet.

16 MODIFICATIONS POUR DES CONDITIONS DE FUMAGE INTENSE

16.1 Sans objet.

17 RÉFÉRENCES

- 17.1** Sensabough A.J., Jr. et Cardiff, R.H. A New Technique for Determining the pH of Whole Tobacco Smoke, *Tob. Sci*, 1967, p. 25-30.
- 17.2** Brunnemann, K. D. et Hoffmann, D. The pH of Tobacco Smoke, *Fd. Cosmet. Toxicol*, 112, 1974, p. 114-115.

ANNEXES**Annexe I : Fumage de cigares de type cigarette (modifications requises)**

1. L'écart entre le pH min. et le pH max. est beaucoup plus important pour ce produit que pour le fumage d'une cigarette faite à partir d'un mélange de tabac. Il est donc nécessaire de régler l'atténuation de l'enregistreur de manière à ce que la pleine échelle corresponde à deux unités de pH. L'étalonnage du pH-mètre se fait à deux valeurs de pH, soit pH 6,00 et pH 8,00, et on utilise le tampon de pH 7,00 pour le conditionnement de l'électrode. Au départ, le zéro de l'enregistreur est réglé de manière à ce qu'une solution de pH 7,00 donne une lecture de 50 (il peut être nécessaire de régler cette dernière selon les types de cigares fumés).
2. Les cigares sont plus difficiles à allumer que les cigarettes. Il faut tenir allumée la flamme du briquet au butane pendant quatre ou cinq secondes avant de tirer la première bouffée. La durée de l'allumage doit être constante pour que le nombre et le profil des bouffées soient cohérents.