

N° : T - 205
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 9

1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode décrit l'extraction et le dosage, à l'aide d'un appareil d'analyse à débit continu, de l'acide cyanhydrique (HCN) présent dans la matière particulaire totale (MPT) et la phase gazeuse de la fumée latérale de tabac (FL). Elle s'applique au dosage des cigarettes et des cigares.

2 NORMES APPLICABLES

- 2.1 Méthode D 1193-77 de l'American Society for Testing and Materials (ASTM) – Specifications for Reagent Water, Version 1977.
- 2.2 Méthode d'essai T-115 de Santé Canada – Détermination 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 De quatre à huit canaux équidistants d'une machine à fumer linéaire standard sont réaménagés à l'aide de chambres en Y de la British American Tobacco (BAT) et de pompes à vides à débit contrôlé. Deux cigarettes* sont fumées sur chaque canal, sous les chambres en Y, et la fumée latérale est aspirée dans la chambre à un débit de 3 L/minute. La matière particulaire totale (MPT) dans la fumée latérale est piégée sur un tampon installé dans la partie supérieure de la chambre. On fait ensuite barboter la fumée filtrée dans un flacon laveur contenant 90 mL de NaOH 0,1 N.

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

- 4.2 Une fois le fumage de deux cigarettes terminé, le tampon pour la fumée latérale est mis dans un erlenmeyer contenant la solution de piégeage et deux portions de 15 mL des liquides de rinçage de la chambre en Y BAT; l'extraction se fait sur un agitateur oscillant.
- 4.3 Une portion de l'extrait est filtrée avec une seringue, puis analysée à l'aide d'un analyseur à débit continu dans lequel l'acide cyanhydrique réagit avec de la chloramine-T pour former du chlorure de cyanogène. Ce dernier réagit ensuite avec de la pyridine pour donner l'aldéhyde glutaconique, lequel forme un complexe coloré lorsqu'il est mélangé avec de la pyrazolone. Un colorimètre à une voie analyse le complexe qui est dosé par comparaison avec un étalonnage externe.

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 de cyanure de potassium produites 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 ISO 3402 :1991.
- 5.2 Équipement nécessaire au fumage mécanique des produits du tabac, tel que défini dans les méthodes ISO 3308:1991 et ISO 4387:1991.
- 5.3 Balance analytique précise à quatre décimales.
- 5.4 Erlenmeyers de 125 mL, en polyméthylpentène (PMP), avec bouchons à vis
- 5.5 Agitateur oscillant.
- 5.6 Seringue jetable, 5 cm³.
- 5.7 Seringue-filtre – Nalgène SFCA (25 mm) (ou équivalent)
- 5.8 Autoanalyseur à débit continu, commandé par ordinateur, comprenant les éléments suivants :
 - 5.8.1 Échantillonneur automatique Technicon IV, ou l'équivalent.
 - 5.8.2 Pompe péristaltique Technicon II, ou l'équivalent.
 - 5.8.3 Manifold pour HCN.
 - 5.8.4 Colorimètre à une voie, muni d'une cuve à circulation de 15 mm et d'un filtre à 540 nm.
 - 5.8.5 Ordinateur personnel, compatible IBM, processeur Pentium, 133 MHz, 32 Mo de RAM, disque dur de 1,5 Go, écran de 14 po; logiciels chargés : Windows 95 et Labtronics NAP 2.4 (pour le traitement des données).
- 5.9 Flacons laveurs de 250 mL, sans fritté.
- 5.10 Fioles jaugées de 50 mL, à rodage conique.
- 5.11 Éprouvettes graduées de 100 mL.
- 5.12 Entonnoir filtrant en verre.
- 5.13 Agitateur magnétique et barreaux magnétiques.
- 5.14 Micropipette à piston Eppendorf, de 1000 µL, à volume réglable, ou l'équivalent.
- 5.15 Récipients à échantillon pour analyseur automatique.
- 5.16 Pompes à vide – GAST.
- 5.17 Débitmètres - Ace Glass Inc., ou l'équivalent.
- 5.18 Chambres en Y – BAT.
- 5.19 Statifs (un par chambre en Y).

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 (NaOH).
- 6.5 3-Méthyl-1-phényl-2-pyrazolin-5-one.
- 6.6 Bispyrazolone.
- 6.7 Phosphate monopotassique.
- 6.8 Phosphate monosodique.
- 6.9 Brij-35, solution à 30 %.
- 6.10 Eau de type I (satisfaisant à la norme D 1193 de l'ASTM).

7 PRÉPARATION DE LA VERRERIE

- 7.1 Le lavage et le séchage de la verrerie doit être effectué de manière à ce que celle-ci ne cause pas 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 toutes les semaines.

8.2 Solution saturée de pyrazolone

- 8.2.1 Mélanger 5 g de 3-méthyl-1-phényl-2-pyrazolin-5-one avec 2 L d'eau de type I 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 un flacon ambre. Mélanger avec un agitateur magnétique pendant 30 minutes. Après dissolution complète, ajouter 400 mL de solution de pyrazolone saturée et filtrée, puis mélanger.

8.4 Solution tampon

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

8.5 Solution d'hydroxyde (0,1 N)

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

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

- 9.1 Préparer une solution-mère primaire équivalant à 500 ppm de HCN (60,2 mg de KCN dans 50 mL de NaOH 0,1 N).
- 9.2 Diluer ensuite des portions de 0,05, 0,1, 0,3, 0,5 et 0,7 mL de cette solution jusqu'à 50 mL avec du NaOH 0,1 N. Ces étalons correspondent à des solutions

de 0,5, 1, 3, 5 et 7 ppm 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 (sauf pour les modifications ci-après) :
- 12.2.1.1** Assembler le dispositif pour dosage du HCN dans la fumée latérale conformément au schéma. Avec du tuyau à vide, connecter la chambre en Y BAT (Proctor *et al*, 1998) au porte-filtre à fumée latérale et fixer la chambre sur le support de la machine à fumer. Mettre la chambre en position la plus haute (position de chargement).

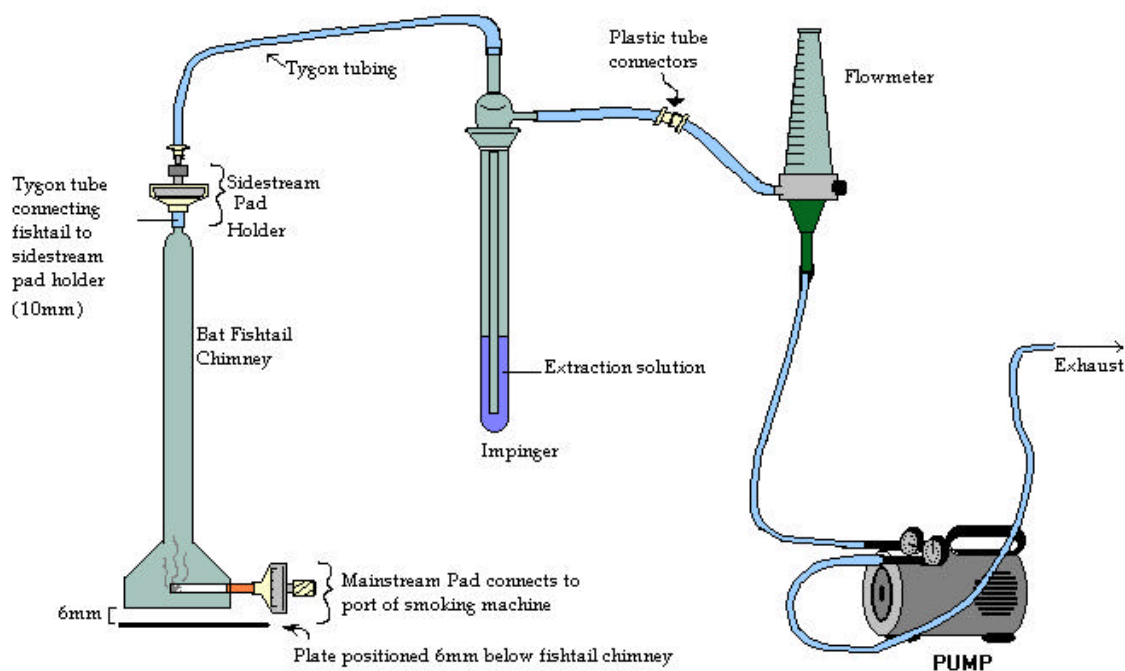


FIGURE 1a: SIDESTREAM APPARATUS

FIGURE 1a: SIDESTREAM APPARATUS = FIGURE 1a : DISPOSITIF POUR FUMÉE LATÉRALE

Tygon tubing = Tube en tygon

Sidestream pad holder = Porte-filtre à fumée latérale

Tygon tube connecting fishtail to sidestream pad holder (10 mm) = Tube en tygon reliant la chambre en Y au porte-filtre à fumée secondaire (10 mm)

Bat Fishtail Chimney = Chambre en Y BAT

6 mm = 6 mm

Mainstream Pad connects to port of smoking machine = Porte-filtre à fumée principale de tabac relié au canal de la machine à fumer

Plate positioned 6 mm below fishtail chimney = Plaque située à 6 mm sous la chambre en Y

Plastic tube connectors = Raccords pour tube en plastique

Extraction solution = Solution pour l'extraction

Impinger = Flacon laveur

Flowmeter = Débitmètre

Exhaust = Évacuation

PUMP = POMPE

12.2.1.2 Verser 90 mL de NaOH 0,1 N dans chaque flacon laveur.

12.2.1.3 Mettre un tampon conditionné dans chacun des porte-filtre numérotés pour fumée latérale, la surface à grain grossier étant orientée dans la direction d'où provient la fumée. Noter le poids « avant fumage » des porte-filtre.

12.2.1.4 Installer le porte-filtre pour fumée latérale à la partie supérieure de la chambre en Y et régler les pompes à vides afin d'obtenir un débit d'aspiration de 3 L/minute. Noter les réglages du débitmètre.

13 PRODUCTION DES ÉCHANTILLONS

- 13.1** Mettre en marche les pompes du dispositif à fumée latérale (3 L/minute).
- 13.2** À $t - 30$ secondes, allumer la cigarette selon la méthode ci-après et commencer à compter les bouffées.
- 13.2.1** La méthode normale d'inflammation consiste en une période de réchauffement de 15 secondes commençant à $t - 18$ secondes, suivie d'une inflammation pendant cinq secondes (trois secondes avant la bouffée plus les deux secondes de la bouffée).
- 13.2.2** Abaisser la chambre en position la plus basse. Ne pas laisser la cigarette toucher à la chambre. Laisser la chambre à environ 6 mm au-dessus de la plaque; ainsi l'air s'écoulera uniformément autour de la cigarette et dans la chambre en Y.
- 13.3** Fumer la cigarette jusqu'à la longueur de mégot standard déterminée à l'avance. Éteindre la cigarette et la retirer de la chambre en Y BAT.
- 13.4** Répéter la séquence de fumage pour la seconde cigarette.
- 13.5** Conclure la séquence de fumage, en éteignant et en retirant le mégot de la dernière cigarette, lorsque celui-ci a atteint la longueur prédéterminée.
- 13.6** Laisser la pompe d'aspiration de la fumée latérale fonctionner pendant encore 30 secondes pour entraîner toute fumée résiduelle jusqu'au filtre de fumée latérale.
- 13.7** À la fin de la séquence de fumage, relever la chambre et démonter le dispositif de piégeage de fumée latérale.
- 13.8** Peser les porte-filtres pour fumée latérale et noter leur poids « après fumage ».

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

14.1 Préparation des échantillons

- 14.1.1** Retirer le tampon du porte-filtre pour fumée latérale, le plier en quatre, la surface « propre » vers l'extérieur. À l'aide de pinces propres, utiliser le tampon pour essuyer le porte-filtre. Déposer le tampon dans un erlenmeyer en PMP de 125 mL.
- 14.1.2** Ajouter les 90 mL de la solution de piégeage dans l'erlenmeyer.
- 14.1.3** Rincer la chambre en Y avec deux portions de 15 mL de NaOH 0,1 N. Utiliser une tige de verre pour déloger tout dépôt sur les parois de la chambre. Ajouter les liquides de rinçage à l'erlenmeyer; le volume total sera de 120 mL.

- 14.1.4 Bien boucher l'erenmeyer.
- 14.1.5 Fixer l'erenmeyer sur l'agitateur oscillant et agiter pendant 30 minutes (le tampon devrait se désagréger).
- 14.1.6 Filtrer directement l'extrait dans des récipients bien étiquetés pour analyseur, à l'aide d'une seringue jetable de 5 cm³ équipée d'un filtre à seringue.
- 14.1.7 Analyser l'extrait immédiatement pour le HCN.

14.2 Analyse

- 14.2.1 Utiliser l'échantillonneur automatique à un rythme de 20 échantillons/heure et avec un rapport échantillon/solution de lavage de 2/1. Il faut prévoir un temps suffisant pour que le système se stabilise pendant que les réactifs y circulent.
- 14.2.2 N'effectuer une seconde analyse que si les résultats sont hors-échelle ou s'il y a un problème de dosage.
- 14.2.3 Les échantillons sont dilués par l'échantillonneur automatique.
- 14.2.4 Placer à intervalles réguliers dans l'échantillonneur des récipients contenant uniquement du NaOH 0,1 N pour assurer la correction de la ligne de base .

14.3 Calculs

- 14.3.1 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.
- 14.3.2 Déterminer la concentration de HCN (en ppm ou en µg/mL) de chaque extrait, puis calculer la teneur en HCN, en microgrammes (µg) par cigarette, dans la fumée principale de tabac :

$$\text{HCN } (\mu\text{g/cigarette}) = [\text{quantité } (\mu\text{g/mL}) \times 120 \text{ (mL)}] / \text{nombre de cigarettes fumées.}$$

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 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 conditionné dans un erlenmeyer de 125 mL, ajouter 120 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 conditionné dans un erlenmeyer de 125 mL, ajouter 119 mL de NaOH 0,1 N et 1,0 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 une LDM de 0,22 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 une LDD de 7.2 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 DES CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

- 16.1 Aucune modification n'est nécessaire pour le fumage dans des conditions intenses.

17 RÉFÉRENCES

- 17.1 Collins, P.F., et al., 1973. A Trapping System for the Combined Determination of Total HCN and Total Gas Phase Aldehydes in Cigarette Smoke. *Beitrag zur Tabakforschung*, vol. 7, n° 2.
- 17.2 Rickert, W. S., et P. B. Stockwell, 1979. Automated determination of hydrogen cyanide, acrolein, and total aldehydes in the gas phase of tobacco smoke. *J. Autom. Chem.*, 1, p. 152-154.
- 17.3 Proctor, C.J., Martin, C., Beven, J.L. et Dymond H.F., 1988. Evaluation of an Apparatus Designed for the Collection of Sidestream Tobacco Smoke, *Analyst*, 113, p. 1509-1513.

ANNEXE

Graphique des données fournies par le colorimètre

