

N° : T - 206  
Date : 31 décembre 1999  
Page : 1 de 12

## 1 PORTÉE

- 1.1 La présente méthode est utilisée pour doser le mercure (Hg) dans la fumée latérale. Elle permet de piéger les constituants des phases particulaire et gazeuse de la fumée dans une seule solution de piégeage, lors du fumage mécanique de cigarettes sur une machine à fumer linéaire, puis de doser le mercure dans ces phases.
- 1.2 La fumée latérale est essentiellement toute fumée autre que la fumée principale de tabac émise par une cigarette. Elle est recueillie à l'aide d'une chambre en verre, en forme de Y, qui l'achemine ensuite dans divers pièges.
- 1.3 Le présent système de piégeage et d'analyse ne permet pas de distinguer le mercure dans la phase solide de celui dans la phase gazeuse.
- 1.4 Les composés de mercure sont dosés par spectrométrie automatisée d'absorption atomique à vapeur froide, selon la méthode au chlorure stanneux de l'Environmental Protection Agency (EPA).

## 2 MÉTHODES APPLICABLES

- 2.1 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.
- 2.2 American Society for Testing and Materials (ASTM) : Méthode D 1193-77 – Standard Specifications for Reagent Water, Version 1977.

## 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 Des canaux équidistants d'une machine à fumer linéaire standard sont réaménagés à l'aide de chambres en Y BAT (British American Tobacco) et de pompes à vides à débit contrôlé. Cinq cigarettes\* sont fumées sur chaque canal, sous les chambres en Y. La fumée est aspirée dans la chambre à un débit de 2 L/minute.

\*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 L'analyte est piégé en faisant circuler la fumée totale dans deux impacteurs montés en série qui contiennent une solution acidifiée de permanganate de potassium. La matière particulaire déposée sur les parois de la chambre en Y est délogée à l'aide de deux portions de 5 mL de la solution acidifiée de permanganate de potassium, d'une portion de 5 mL de peroxyde d'hydrogène et d'une portion de 5 mL d'eau de type I. Le liquide de rinçage est ajouté aux deux

solutions de piégeage dans un récipient de digestion par micro-ondes. Les échantillons sont ensuite soumis à la digestion par micro-ondes.

- 4.3** Une fois la digestion terminée, les récipients sont retirés du système de digestion, puis ramenés à la température ambiante. L'excès de permanganate de potassium est réduit avec du chlorhydrate d'hydroxylamine et la solution est transvidée dans une fiole jaugée, puis complétée au trait avec de l'eau de type I.
- 4.4** Le produit de digestion est analysé par spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide à une longueur d'onde de 253,7 nm. Cette méthode utilise un vaporisateur à débit constant pour réduire le mercure divalent à son degré d'oxydation zéro grâce au chlorure stanneux. Une pompe péristaltique entraîne l'agent réducteur et l'échantillon dans un serpentin de mélange jusqu'à un séparateur gaz-liquide. La vapeur de mercure est entraînée par un courant d'azote dans une cuve à circulation continue située dans le compartiment du brûleur.

*Nota* : La réaction étant très sensible aux variations de température, il faut vérifier fréquemment la réponse en la comparant à celle obtenue avec des étalons.

*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 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** Impacteurs de 70 mL, sans frittés.
- 5.5** Tubes de Tygon de ¼ pouce (d.i.) et 3/8 pouce (d.e.), de qualité ester.
- 5.6** Raccords en Nalgène, de ¼ pouce.
- 5.7** Disques en fibre de verre (tampons) et cassettes.
- 5.8** Tubes à culture jetables, en verre borosilicaté, 20 mm X 150 mm.
- 5.9** Machine à fumer linéaire, à 20 canaux - Filtrona SM300, ou l'équivalent.
- 5.10** Pompes à vide - GAST (4), ou l'équivalent.
- 5.11** Débitmètres.
- 5.12** Chambres en Y - BAT (8).
- 5.13** Balance précise à au moins quatre places décimales.
- 5.14** Mini plaque chauffante-agitateur.
- 5.15** Fioles jaugées de 50 mL, 100 mL et 1000 mL.
- 5.16** Pipettes Eppendorf ou micropipettes, pour la préparation des étalons.
- 5.17** Pipette Eppendorf (volume réglable de 1 à 5 mL), ou l'équivalent.
- 5.18** Flacons de 125 mL, en PÉHD.
- 5.19** Spectrophotomètre d'absorption atomique, Varian 400P, ou l'équivalent.
- 5.20** Échantillonneur programmable, Varian PSC-56, ou l'équivalent.
- 5.21** Dispositif générateur de vapeur, Varian VGA-76, ou l'équivalent.

- 5.22 Cuve à circulation continue, Varian, pour le mercure, ou l'équivalent.
- 5.23 Lampe à cathode creuse, pour le mercure.
- 5.24 Système de digestion par micro-ondes, CEM MDS-2100, ou l'équivalent.
- 5.25 Dispositifs (2) de récipients de digestion, CEM ACV-12, ou l'équivalent.

## 6 RÉACTIFS ET MATÉRIEL

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

- 6.1 Acide chlorhydrique concentré (HCl).
- 6.2 Acide sulfurique concentré (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).
- 6.3 Acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>).
- 6.4 Eau de type I (conforme à D1193 de l'ASTM).
- 6.5 Permanganate de potassium (KMnO<sub>4</sub>).
- 6.6 Peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 30-32 %.
- 6.7 Chlorure stanneux (SnCl<sub>2</sub>).
- 6.8 Chlorhydrate d'hydroxylamine.
- 6.9 Étalons pour l'analyse d'absorption atomique – solutions étalons de mercure à 1000 µg/mL dans du HNO<sub>3</sub> à 10 %.

*Nota* : Les étalons doivent :

1. Être livrés avec un certificat d'analyse.
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 : acide sulfurique / permanganate de potassium (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 20 % (v/v), KMnO<sub>4</sub> à 4 % (p/v))**
  - 8.1.1 Verser environ 500 mL d'eau de type I dans une fiole jaugée de 1000 mL.
  - 8.1.2 Ajouter prudemment 200 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré, agiter doucement et laisser la fiole revenir à la température ambiante avant de poursuivre.
  - 8.1.3 Ajouter 40 g de permanganate de potassium et agiter jusqu'à dissolution complète du permanganate.
  - 8.1.4 Compléter au trait avec de l'eau de type I.

*Nota* : Lors de la dilution d'un acide concentré, il est très important d'ajouter l'acide à l'eau.

*Nota* : Les solutions de piégeage ne sont stables que pendant 24 heures, en raison de la précipitation du permanganate et de la possibilité de contamination.

## 8.2 Solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (10 % (p/v))

8.2.1 Ajouter 10 g de chlorhydrate d'hydroxylamine dans une fiole jaugée de 100 mL.

8.2.2 Ajouter environ 70 mL d'eau de type I pour dissoudre le solide.

8.2.3 Compléter au trait avec de l'eau de type I.

## 8.3 Solution de chlorure stanneux ( $\text{SnCl}_2$ à 25 % (p/v) dans du HCl à 20 % (v/v))

8.3.1 Peser 125 g de chlorure stanneux dans une fiole jaugée de 500 mL préalablement lavée à l'acide.

8.3.2 Ajouter 100 mL de HCl concentré pour dissoudre complètement le solide.

*Nota* : On peut chauffer modérément pour accélérer la dissolution.

8.3.3 Laisser la solution revenir à la température ambiante, puis ajouter prudemment de l'eau de type I pour compléter à 500 mL.

8.3.4 Bien mélanger et transvider la solution dans le flacon relié au canal du réducteur dans le dispositif générateur de vapeur VGA-76.

*Nota* : S'il y a formation d'un précipité dans la fiole ou le flacon, jeter la solution et en préparer une nouvelle. Il faut garder le chlorure stanneux en solution et éviter le plus possible la contamination.

## 9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

### 9.1 Solutions mères étalons et dilutions requises

9.1.1 Préparer tous les étalons d'analyse immédiatement avant l'analyse dans une solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 12 % (v/v); ces étalons ne sont stables que pendant deux jours.

9.1.2 La solution mère étalon commerciale renferme 1000  $\mu\text{g/mL}$  de Hg dans une solution de  $\text{HNO}_3$  à 10 % (v/v), afin d'en assurer la stabilité.

9.1.3 Préparer une solution étalon secondaire pour effectuer les dilutions requises. Cette solution renferme 1  $\mu\text{g/mL}$  de Hg dans une solution de  $\text{HNO}_3$  à 10 % (v/v) et n'est stable que pendant une semaine.

9.1.4 Les dilutions suivantes sont représentatives :

Solution mère primaire = 1000  $\mu\text{g/mL}$  .

Solution mère secondaire = 100 µL de la solution mère primaire dans 100 mL = 1 µg/mL.

Concentration de l'étalon = 0,300 ng/mL = 30 µL de la solution mère secondaire dans 100 mL.

Concentration de l'étalon = 0,500 ng/mL = 50 µL de la solution mère secondaire dans 100 mL.

Concentration de l'étalon = 1,500 ng/mL = 150 µL de la solution mère secondaire dans 100 mL.

Concentration de l'étalon = 3,000 ng/mL = 300 µL de la solution mère secondaire dans 100 mL.

Concentration de l'étalon = 5,000 ng/mL = 500 µL de la solution mère secondaire dans 100 mL.

## 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

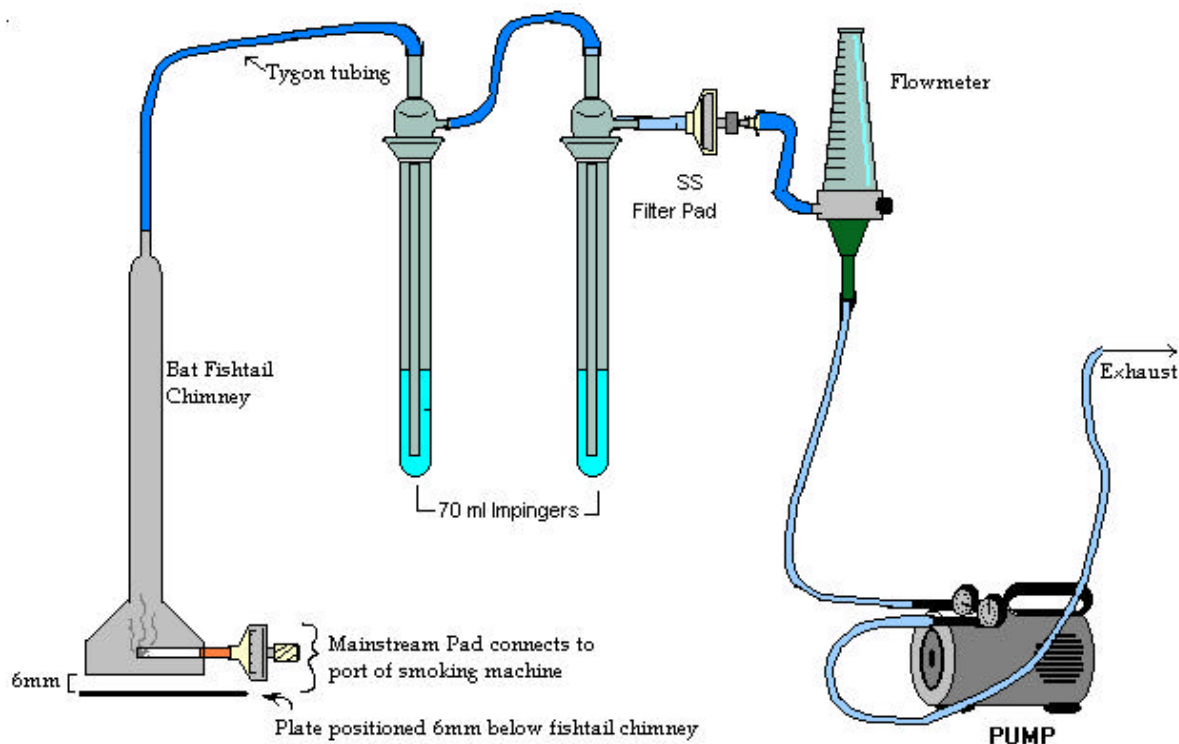
### 12.1 Conditions ambiantes

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 (avec les modifications suivantes) :

12.2.2 Monter le circuit de fumée latérale de manière à ce que la fumée provenant des cigarettes placées sous les chambres en Y soit aspirée à un débit de 2 L/min. Toute la fumée latérale est acheminée dans deux impacteurs contenant chacun 25 mL de solution de piégeage ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 20 % (v/v),  $\text{KMnO}_4$  à 4 % (p/v)). Toute particule (ou tout acide) non piégée dans les impacteurs est ensuite piégée dans un tampon-filtre standard en fibre de verre (monté dans un porte-filtre) avant d'atteindre le débitmètre et la pompe à vide. On n'utilise pas le tampon-filtre pour l'analyse quantitative; il sert uniquement à protéger la pompe à vide contre les particules de permanganate. Voir la figure, suivante.



BAT Fishtail Chimney : chambre en Y BAT

Mainstream Pad connects to port of smoking machine : tampon-filtre pour fumée principale de tabac, relié à un canal de la machine à fumer

Plate positionned 6 mm below Fishtail : plaque située à 6 mm sous la chambre en Y

Tygon tubing : tubes de tygon

70 mL impingers : impacteurs de 70 mL

SS Filter Pad : tampon-filtre pour fumée latérale

Flowmeter : débitmètre

Exhaust : évacuation

PUMP : POMPE

- 12.2.3** Verser 25 mL de la solution de piégeage ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 20 % (v/v), 4 %  $\text{KMnO}_4$  à 4 % (p/v)) dans les impacteurs pour fumée latérale.
- 12.2.4** Régler les pompes à vide à un débit de 2 L/min. Noter les réglages du débitmètre.
- 12.2.5** Relier directement, en série, deux impacteurs de 70 mL contenant chacun 25 mL d'une nouvelle solution de piégeage ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 20 % (v/v),  $\text{KMnO}_4$  à 4 % (p/v)).
- 12.2.6** Insérer un tampon-filtre neuf dans le porte-filtre auxiliaire, entre le second impacteur et le débitmètre.

## 13 PRODUCTION D'ÉCHANTILLONS

- 
- 13.1 Charger la première cigarette à fumer sur un des quatre canaux réglés, sous la chambre en Y.
  - 13.2 Mettre en marche les pompes d'aspiration de la fumée latérale et amorcer la séquence d'allumage 30 secondes avant d'allumer la cigarette.
  - 13.3 Allumer la cigarette dès la première bouffée, puis abaisser la chambre en Y jusqu'à 6 mm de la plaque située sous la cigarette; ainsi, l'air s'écoulera uniformément autour de la cigarette et dans la chambre.
  - 13.4 Lorsque le mégot a atteint la longueur prédéterminée, conclure la séquence de fumage en éteignant le mégot et en retirant la cigarette du canal.
  - 13.5 Laisser la pompe fonctionner pendant encore 30 secondes pour entraîner toute fumée résiduelle jusqu'au filtre pour fumée latérale.
  - 13.6 Répéter la séquence de fumage pour les quatre cigarettes restantes.  
  
*Nota* : Dans des conditions intenses de fumage, remplacer le tampon-filtre pour fumée principale de tabac après le fumage de trois cigarettes, pour éviter le passage de matière solide à travers le filtre.
  - 13.7 À la fin de la séquence de fumage, démonter le circuit de fumée latérale.

#### 14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

- 14.1 Laver les tubes de tygon reliés aux impacteurs, en refoulant les solutions de piégeage à l'aide d'une pression positive.
- 14.2 Transvider les deux solutions de piégeage dans un seul récipient de digestion.
- 14.3 Déloger la matière particulaire déposée sur les parois de la chambre en Y en rinçant avec deux portions de 5 mL de solution de piégeage inutilisée.
- 14.4 Transvider ces liquides de rinçage dans le second impacteur pour le rincer.
- 14.5 Transvider les liquides de rinçage dans le premier impacteur pour le rincer; les ajouter ensuite avec soin au récipient de digestion contenant déjà des solutions de piégeage.
- 14.6 Rincer ensuite la chambre en Y avec une portion de 5 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Transvider ces liquides de rinçage dans le second impacteur pour le rincer.
- 14.7 Transvider ces liquides de rinçage dans le premier impacteur pour le rincer et les ajouter ensuite avec soin au récipient de digestion contenant déjà des solutions de piégeage.
- 14.8 Répéter ces étapes de rinçage (14.1.6 à 14.1.7) avec une portion de 5 mL d'eau de type I.
- 14.9 Installer la membrane de rupture et fermer le récipient de digestion.
- 14.10 Installer le récipient de digestion sur le plateau rotatif et le verrouiller en place.

- 14.11** Choisir le récipient contenant l'échantillon qui semble le plus réactif comme récipient de référence pour surveiller la pression et la température et ainsi contrôler le processus de digestion.
- 14.12** Charger le plateau rotatif avec les échantillons dans l'appareil de digestion par micro-ondes et amorcer le programme de digestion. Voir l'**annexe : Paramètres de digestion par micro-ondes**.
- 14.13** Une fois l'étape de digestion terminée, retirer le plateau rotatif du four à micro-ondes et laisser les échantillons revenir à la température ambiante avant d'ouvrir les récipients.
- 14.14** Ajouter 5 mL de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine, goutte à goutte, pour détruire l'excès de permanganate présent dans les échantillons.

*Nota* : Si la digestion semble incomplète, ce qui se traduit par la présence de matière particulaire dans le produit de digestion, ajouter prudemment de 1 à 2 mL supplémentaires de solution de piégeage inutilisée et/ou du peroxyde d'hydrogène, et répéter la séquence de digestion initiale.

- 14.15** Une fois l'étape de digestion terminée, retirer le plateau rotatif du four à micro-ondes et laisser les échantillons revenir à la température ambiante avant d'ouvrir les récipients.
- 14.16** Transvider le produit de digestion dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter au trait avec l'eau de type I ayant servi au rinçage du récipient de digestion.

*Nota* : Les échantillons doivent être analysés dans les 48 heures (préférentiellement dans les 24 heures) suivant la digestion et la dilution, afin d'en assurer la stabilité. Les dilutions manuelles du produit de digestion se feront, au besoin, uniquement au moment de l'analyse.

#### **14.17 Dilutions des échantillons pour l'analyse élémentaire**

**14.17.1** Aucune autre dilution de l'échantillon n'est nécessaire; l'échantillon peut être analysé sans traitement ultérieur.

**14.17.2** Transvider une portion de l'échantillon dans un tube à culture jetable, en verre borosilicaté, de 20 X 150 mm, en vue de l'analyser. Conserver le reste de la solution dans le flacon de 125 mL en PÉHD afin de prévenir toute contamination.

*Nota 1* : On doit tenir compte de toute dilution lors du calcul des résultats en ng/cigarette.

*Nota 2* : Les volumes des échantillons sont basés sur des valeurs « moyennes » rapportées dans les publications. Il pourrait être nécessaire de modifier ces dilutions selon : **1.** Le pays d'origine des échantillons de tabac. **2.** L'année de production de l'échantillon (facteurs environnementaux). **3.** Le type de sol et l'état du sol dans lequel l'échantillon a été cultivé. **4.** Le type de tabac utilisé dans l'échantillon. **5.** L'étage foliaire d'où proviennent les feuilles de l'échantillon de tabac (si celui-ci n'est pas un mélange).



**14.18 Dosage du mercure (Hg) par absorption atomique à vapeur froide**

**14.18.1** Analyser les échantillons en utilisant les paramètres de réglage de l'instrument, à une longueur d'onde de 253,7 nm et une largeur de fente de 0,5 nm.

**14.18.2** Il est important d'analyser les échantillons dans les 48 heures suivant leur digestion.

**14.18.3** Si les échantillons ne peuvent être analysés dans ce délai, remettre le produit de digestion dans le récipient de digestion et effectuer une digestion secondaire.

*Nota* : Les paramètres peuvent varier légèrement d'un instrument à l'autre.

**14.19 Calculs**

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

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

**Résultat d'analyse (par cigarette) :**

Analyte [ng/cigarette] = (Résultat d'analyse [ng/mL] X 100 mL X facteur de dilution add.) / Nbre de cigarettes (5).

**15 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ**

**15.1** Chaque série d'analyses doit comprendre tous les éléments suivants pour chaque journée de fumage mécanique ou pour tout bloc comptant jusqu'à 24 analyses (20 à 22 échantillons véritables) :

**15.2** Blanc de réactifs (**BR**) : pour déterminer la contamination de fond due aux solutions et à la verrerie utilisées pour l'analyse.

**15.3** Blanc fortifié (**BF**) : pour déterminer les pertes possibles d'analyte au cours du processus d'analyse.

**15.4** Échantillon de référence : pour déterminer la reproductibilité d'une analyse à l'autre pour l'ensemble de la méthode.

**15.5** Échantillon en double : pour déterminer la reproductibilité de la méthode pour une série d'analyses ou pour un lot d'échantillons.

*Nota* : Nous recommandons, comme évaluation initiale de la méthode, des réactifs et du matériel utilisés, d'analyser au moins cinq blancs avec cette méthode afin d'établir les paramètres de contrôle pour les niveaux de contamination de fond prévus, et ce, avant l'analyse de tout échantillon. L'obtention, pour le **BR**, de résultats situés à l'extérieur des limites de contrôle,

indique des problèmes possibles de contamination ou l'utilisation de matériel et de réactifs provenant de lots différents.

*Nota* : Le degré de contamination de la pièce doit aussi être déterminé : effectuer l'analyse du milieu ambiant, en absence de tout fumage mécanique, au moins une fois par jour. Si le niveau de fond est trop élevé (probablement à cause du bris de thermomètres à mercure), bien laver toute la pièce et remplacer les filtres dans le système de ventilation pour éliminer la poussière contaminée présente. Si le niveau de fond est encore trop élevé, répéter le nettoyage.

## 15.6 Taux de récupération et niveaux de contamination

**15.6.1** 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.

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

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

La LDM peut être définie de deux façons :

1. La concentration de l'analyte qui correspond à une absorbance de 0,004 unité (soit la masse caractéristique); ou
2. On peut aussi déterminer la LDM 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; ou
3. On peut aussi utiliser la méthode décrite au point numéro 2 et analyser le blanc.

La LDM peut être calculée (en ng/cigarette) en multipliant la LDM obtenue (en ng/mL) par le volume final, puis en divisant le résultat par le nombre de cigarettes fumées.

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

La limite de dosage (LDD) peut être définie de deux façons :

1. La concentration de l'étalon le moins concentré (à l'exception du blanc) ayant servi à obtenir la courbe d'étalonnage; ou
2. On peut aussi déterminer la LDD 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 dix fois l'écart-type de ces résultats; ou
3. On peut aussi utiliser la méthode décrite au point numéro 2 et analyser le blanc.

La LDD peut être calculée (en ng/cigarette) en multipliant la LDD obtenue (en ng/mL) par le volume final, puis en divisant le résultat par le nombre de cigarettes fumées.

---

L'effet sur la LDD de la modification du nombre de cigarettes fumées et des volumes utilisés pour l'extraction et les lavages est la même que pour la LDM.

### **15.8 Stabilité des réactifs et des échantillons**

**15.8.1** Tel qu'indiqué précédemment, tous les échantillons et les étalons doivent être analysés dans les 48 heures (préférentiellement dans les 24 heures) suivant la digestion.

**15.8.2** Toutes les solutions utilisées (sauf les solutions de piégeage) ne sont stables que pendant deux semaines en raison des problèmes possibles de contamination.

**15.8.3** Les solutions de piégeage ne sont stables que pendant 24 heures, en raison de la précipitation du permanganate et de la possibilité de contamination.

## **16 RÉFÉRENCES**

- 16.1** Varian Instruments at Work: Automated Cold Vapor Determination of Mercury: EPA Stannous Chloride Methodology, N° AA-51, septembre 1985.
- 16.2** Van Delft, W. et Vos G., 1988. Comparison of Digestion Procedures for the Determination of Mercury in Soils by Cold-Vapour Atomic Absorption Spectrometry, *Analytica Chimica Acta* 209, 1988, p.147-156.
- 16.3** Determination of ultratrace-level mercury in sediment and tissue by microwave digestion and atomic fluorescence detection. Référence CEM R105.
- 16.4** Comparison of a Microwave Digestion System to Other Digestion Methods for Plant Tissue Analysis. Référence CEM RO 26.
- 16.5** The Determination of Total Mercury (Hg) in Air Sampling Solutions, Regulation respecting Mercury (dans le cadre de la Loi sur la santé et la sécurité au travail) O. Reg. 23/87, 1987, p. 47-55.

**ANNEXE****Annexe : Paramètres de digestion par micro-ondes****Paramètres de digestion par micro-ondes**

Fabricant : CEM  
 Modèle : MDS 2100  
 Type de récipient de digestion : ACV – Récipient en composite de pointe

**Programme pression/température/temps pour la digestion d'échantillons de fumée latérale**

<b>Étape :</b>	1	2	3	4	5
<b>Puissance %:</b>	70	70	70	0	0
<b>Pression (lb/po<sup>2</sup>) :</b>	50	125	175	20	150
<b>Temps d'exécution (min.) :</b>	20	15	20	20	20
<b>Paramètre « Time at » :</b>	8	8	15	20	10
<b>Température :</b>	95	125	165	20	190
<b>Vitesse du ventilateur :</b>	50	50	50	80	

*Nota* : La température et la pression sont les paramètres de contrôle de ce programme de digestion; une des deux valeurs est utilisée pour déterminer le maximum à atteindre. Si un des deux paramètres réglés n'est pas atteint, le four micro-ondes fonctionne à la puissance désignée pour le temps programmé selon la fonction « Run Time » (Temps d'exécution).

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