

N° : T - 207
Date : 31 décembre 1999
Page : 1 de 18

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 latérale 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 solide (matière particulaire) et dans la phase gazeuse de la fumée latérale de tabac provenant des cigarettes, des équivalents-cigarettes, des bidis, des kreteks et des cigares fumés mécaniquement avec une machine à fumer linéaire.
- 1.2 La fumée latérale de tabac 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 Les métaux de la phase particulaire sont ceux qui sont présents dans la matière particulaire de la fumée latérale de tabac et qui sont piégés sur un disque filtrant en fibre de verre (tampon), ainsi que les métaux dans la matière particulaire sur la paroi de la chambre en Y.
- 1.4 Les métaux de la phase gazeuse sont ceux qui ont pu réagir pour former une espèce gazeuse ou présents dans la matière particulaire qui n'est pas piégée dans le condensat normal de matière particulaire totale (MPT).

2 NORMES 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 vide à débit contrôlé. Quatre cigarettes* sont fumées sur chaque canal, sous les chambres en Y, conformément à la méthode T-115. La fumée est aspirée dans la chambre à un débit de 3 L/min.

*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 La matière particulaire totale (MPT) est piégée sur un tampon-filtre de 44 mm installé dans la partie supérieure de la chambre. La matière particulaire déposée sur les parois de la chambre en Y est délogée à l'aide d'une portion de 20 mL de solution de piégeage, puis avec une portion de 10 mL de peroxyde d'hydrogène et une portion de 10 mL de solution de piégeage inutilisée. Les liquides de rinçage sont versés dans un erlenmeyer en PMP à bouchon à vis. Le tampon est ajouté à cet erlenmeyer et l'extraction se fait sur un agitateur oscillant. Après 30 minutes d'agitation, le mélange est transvidé dans un récipient de digestion par micro-ondes à l'aide d'un entonnoir contenant un tampon de laine de verre. L'erlenmeyer est alors rincé avec deux portions supplémentaires de 10 mL de solution de piégeage inutilisée. Les liquides de rinçage sont ajoutés au récipient de digestion.

Nota : On extrait le goudron contenu dans le tampon-filtre, plutôt que de digérer ce dernier, afin de réduire la concentration de fond à laquelle contribueraient les métaux provenant du tampon. L'importance de la variabilité découlant de la digestion du tampon pourrait être appréciable par rapport aux quantités de métaux devant être dosées.

- 4.3 Les métaux présents dans la phase gazeuse sont piégés dans deux impacteurs contenant une solution d'acide nitrique à 10 % (v/v), situés entre le tampon-filtre et la pompe à vide. Les solutions de piégeage des deux impacteurs sont ajoutées au même récipient de digestion et digérées par micro-ondes.
- 4.4 Une fois la digestion terminée, on retire les récipients de l'appareil de digestion, on les laisse refroidir, puis on transvide leur contenu dans une fiole jaugée et on complète au trait avec de l'eau de type I.
- 4.5 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 encoisonnés à revêtement pyrolytique dont la résistance accrue aux acides augmente leur durée utile ainsi que leur sensibilité à l'analyte.
- 4.6 La quantité est déterminée par interpolation sur les courbes d'étalonnage pertinentes, préparées à partir de solutions aqueuses étalons de métaux ayant la même concentration acide que les échantillons, afin de minimiser les effets de matrice. Dans le cas de certains métaux, il faut utiliser 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. Toutefois, le produit de digestion doit alors subir des dilutions supplémentaires, ce qui entraîne une perte de sensibilité.

Nota : Le dosage du Cd, du Pb, du Ni et du Cr peut aussi être effectué par spectrométrie 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.

Important : La propreté de la verrerie et du milieu d'analyse influe directement 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.

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 en tygon de ¼ po (d.i.) et 3/8 po (d.e.), de qualité ester.
- 5.6 Raccords en nalgène de ¼ po.
- 5.7 Pompes à vide.
- 5.8 Débitmètres.
- 5.9 Chambres en forme de Y – BAT.
- 5.10 Erlenmeyers de 125 mL, en polyméthylpentène (PMP), avec bouchons à vis.
- 5.11 Entonnoirs en verre.
- 5.12 Laine de verre lavée à l'acide.
- 5.13 Balance précise à au moins quatre places décimales.
- 5.14 Agitateur oscillant.
- 5.15 Fioles jaugées de 10, 50, 100 et 1000 mL.
- 5.16 Système de pipetage ou micropipettes, pour la préparation des étalons de travail.
- 5.17 Système de pipetage (volume réglable, 1 à 5 mL), ou l'équivalent.
- 5.18 Flacons de 125 mL, en PÉHD.
- 5.19 Spectrophotomètre d'absorption atomique.
- 5.20 Atomiseur à tube de graphite.
- 5.21 Tubes encoignés Varian (revêtus), ou l'équivalent.
- 5.22 Lampes à cathode creuse pour Ni, Pb, Cd, Cr, As, Se et Hg.
- 5.23 Système de digestion par micro-ondes avec contrôle de la température et de la pression, ou l'équivalent.
- 5.24 Dispositifs (2) de récipients de digestion, récipients en composite de pointe (ACV), ou l'équivalent.
- 5.25 Autre choix : appareil d'ICP simultané Varian Axial Vista, ou l'équivalent.
- 5.26 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 HCl concentré – qualité dosage de métaux-traces, ou l'équivalent.
- 6.2 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.
- 6.5 Peroxyde d'hydrogène (32 %).
- 6.6 Acide phosphorique – Qualité dosage de métaux-traces, ou l'équivalent.
- 6.7 Étalons pour absorption atomique – solutions étalons de 1000 µg/mL.

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 (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 est très important d'ajouter l'acide à l'eau.

9 PRÉPARATION DES ÉTALONS

9.1 Solutions étalons et dilutions requises

- 9.1.1 Tous les étalons pour l'analyse AA en four de graphite doivent être préparés dans une solution de HNO₃ à 10 % (v/v).

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

- 9.1.2 Pour des raisons de stabilité, la concentration de toutes les solutions étalons commerciales est de 1000 µg/mL. Les étalons requis pour chaque analyte sont indiqués à l'**annexe 1 : Paramètres des instruments**.

- 9.1.3 Voici des dilutions typiques:

- 9.1.3.1 Étalon primaire = 1000 µg/mL.
- 9.1.3.2 Étalon secondaire (As et Se) = 1 mL d'étalon primaire dans 10 mL = 100 µg/mL.
- 9.1.3.3 **Étalon mixte** = 100 µL de chaque étalon primaire (Pb, Ni, Cd) dans 100 mL = 1 µg/mL = 25 µL d'étalon primaire de Cr dans 100 mL = 0,25 µg/mL = 100 µL d'étalon secondaire de As/Se dans 100 mL = 0,10 µg/mL.
- 9.1.3.4 Étalon 0 = 0 µL d'**étalon mixte** dans 100 mL.

- 9.1.3.5 Étalon 1 = 250 µL d'**étalon mixte** dans 100 mL.
- 9.1.3.6 Étalon 2 = 500 µL d'**étalon mixte** dans 100 mL.
- 9.1.3.7 Étalon 3 = 1500 µL d'**étalon mixte** dans 100 mL.
- 9.1.3.8 Étalon 4 = 3000 µL d'**étalon mixte** dans 100 mL.
- 9.1.3.9 Étalon 5 = 5000 µL d'**étalon mixte** 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 celles décrites dans 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 celles décrites dans la méthode T-115 (avec les modifications ci-après) :

12.2.1.1 Monter le circuit de fumée latérale selon le schéma suivant :

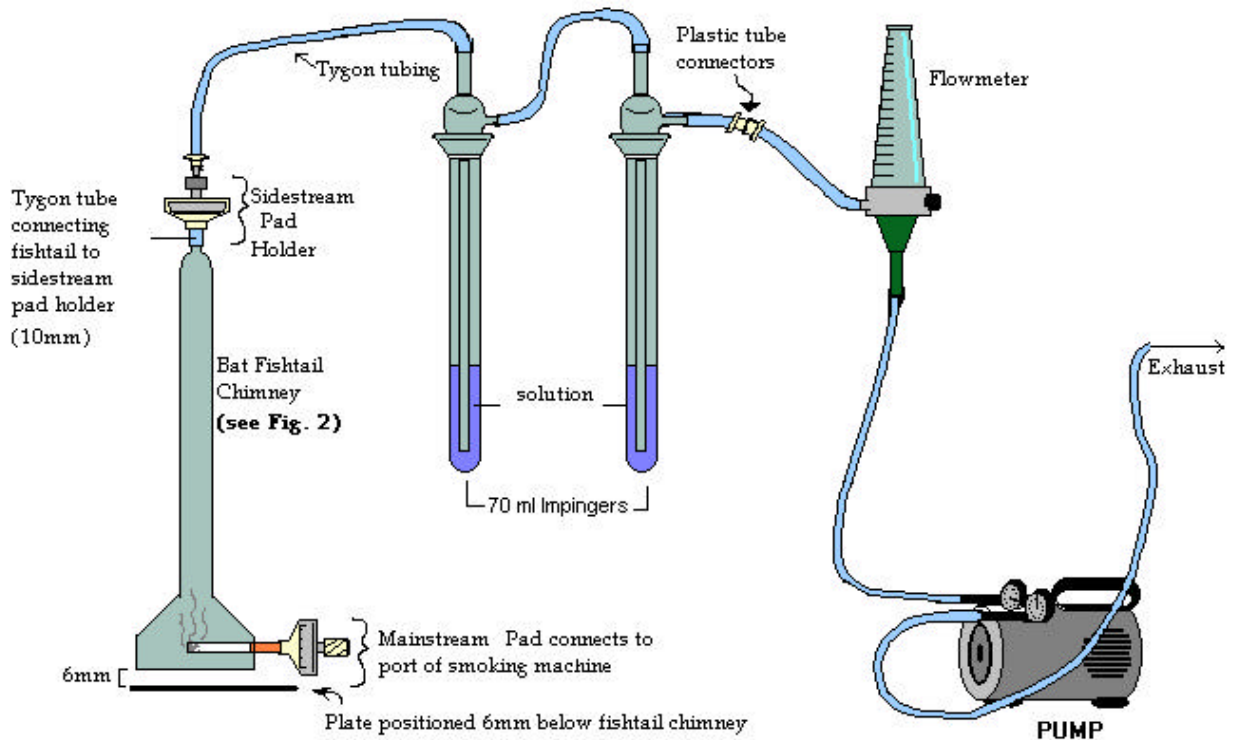


FIGURE 1b: SIDESTREAM APPARATUS USING TWO IMPINGERS

FIGURE 1b : SIDESTREAM APPARATUS USING TWO IMPINGERS : figure 1b : circuit de fumée latérale utilisant deux impacteurs

BAT Fishtail Chimney : chambre en Y BAT
(see Fig. 2) : (voir la figure 2)

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

Sidestream Pad Holder : porte-tampon-filtre pour fumée latérale

Tygon tube connecting fishtail to sidestream pad holder (10 mm) : tube en tygon reliant la chambre en Y au porte-tampon-filtre pour fumée latérale (10 mm)

Tygon tubing : tubes en tygon

solution : solution

70 mL impingers : impacteurs de 70 mL

Plastic tube connectors : raccords à tube en plastique

Flowmeter : débitmètre

Exhaust : évacuation

PUMP : POMPE

12.2.1.2 Verser 10 mL de la solution de HNO₃ à 10 % (v/v) dans chacun des impacteurs pour fumée latérale.

Nota : Un troisième impacteur (vide) peut être monté, en série, pour recueillir le trop-plein et protéger le débitmètre.

12.2.1.3 Installer le tampon-filtre pour fumée latérale dans la partie supérieure de la chambre en Y. Régler les pompes à vide afin d'obtenir un débit d'aspiration de 3 L/min. Noter les réglages du débitmètre.

13 PRODUCTION D'ÉCHANTILLONS

13.1 Les cigarettes doivent être fumées et la MPT doit être recueillie conformément à la méthode T-115, (sauf pour les modifications ci-après) :

13.1.1 Noter le poids des porte-filtres pour fumée latérale.

13.1.2 Relier directement, en série, deux impacteurs de 70 mL contenant chacun 10 mL d'une nouvelle solution de HNO₃ à 10 %.

13.1.3 Monter un troisième impacteur (vide) qui servira de piège si la solution de piégeage déborde des impacteurs en raison de l'effet « moussant » de la fumée.

13.1.4 Insérer la première cigarette à fumer sur un des canaux réglés, sous la chambre en Y.

13.1.5 Mettre en marche les pompes d'aspiration de la fumée latérale et amorcer la séquence d'allumage 30 secondes avant d'allumer la cigarette.

13.1.6 Allumer la cigarette dès la première bouffée, puis abaisser la chambre en Y sur la cigarette, 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.

13.1.7 Lorsque le mégot a atteint la longueur prédéterminée, conclure la séquence de fumage en éteignant le mégot et en retirant la cigarette du canal.

13.1.8 Laisser la pompe fonctionner pendant encore 30 secondes pour entraîner toute fumée résiduelle jusqu'au filtre pour fumée latérale.

13.1.9 Répéter la séquence de fumage pour les trois cigarettes restantes.

13.1.10 À la fin de la séquence de fumage, démonter le circuit de fumée latérale et noter les poids « post-fumage » des porte-filtres pour fumée latérale.

14 ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

14.1 Préparation et gestion des échantillons de phase particulaire

14.1.1 Le contenu du premier impacteur est transféré directement dans un erlenmeyer de 125 mL. La matière particulaire déposée sur les parois de la chambre en Y est délogée à l'aide de la solution de piégeage du second impacteur. Ajouter ce liquide de rinçage à l'erlenmeyer de 125 mL.

-
- 14.1.2 Rincer le second impacteur avec 10 mL de peroxyde d'hydrogène, puis transvider dans le premier impacteur, et, finalement dans la chambre en Y et dans l'erlenmeyer.
 - 14.1.3 Répéter l'étape 14.1.2 en utilisant 10 mL de solution de piégeage inutilisée.
 - 14.1.4 Ajouter aussi le tampon-filtre pour fumée latérale au même erlenmeyer.
 - 14.1.5 Extraire la matière particulaire du tampon-filtre en installant l'erlenmeyer sur un agitateur oscillant pendant 30 minute.
 - 14.1.6 Transvider le mélange dans un récipient de digestion par micro-ondes à l'aide d'un entonnoir contenant un tampon de laine de verre.
 - 14.1.7 Rincer ensuite l'erlenmeyer avec deux portions additionnelles de 10 mL de solution de piégeage inutilisée. Ajouter ces liquides de rinçage au récipient de digestion.
 - 14.1.8 Presser le tampon de laine de verre dans l'entonnoir à l'aide d'une tige de verre pour permettre à toute solution résiduelle de s'écouler dans le récipient de digestion.
 - 14.1.9 Ajouter 6 mL de HCl concentré dans le récipient de digestion.
 - 14.1.10 Ajouter 2 mL de HNO₃ concentré, en agitant le récipient de digestion 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).
 - 14.1.11 Laisser reposer les échantillons jusqu'à ce que l'effervescence cesse (environ 10 minutes).
 - 14.1.12 Installer la membrane de rupture et fermer le récipient de digestion.
 - 14.1.13 Installer le récipient de digestion sur le plateau rotatif à 12 places et le verrouiller en place.
 - 14.1.14 Charger le plateau rotatif avec les échantillons dans l'appareil de digestion par micro-ondes et amorcer le programme de digestion, conformément aux instructions de l'**annexe 2 : Programme de digestion par micro-ondes**.
 - 14.1.15 Lorsque la digestion est terminée, retirer le plateau rotatif du four micro-ondes et laisser les échantillons revenir à la température ambiante avant d'ouvrir les récipients.
 - 14.1.16 Examiner le produit de digestion. Si la digestion semble incomplète, ajouter prudemment de 2 à 4 mL supplémentaires de peroxyde d'hydrogène et remettre au four micro-ondes pour procéder à une digestion secondaire, conformément à l'**annexe 2 : Programme de digestion par micro-ondes**.

14.1.17 Transvider le produit de digestion dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter au trait avec de l'eau de type I ayant servi au rinçage 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.

14.2 Dilutions des échantillons pour l'analyse élémentaire

14.2.1 Il peut être nécessaire de diluer les échantillons pour ramener leur absorbance dans l'intervalle d'étalonnage approprié et obtenir un bon rapport signal/bruit et un effet de matrice minimale. Ce dernier étant très peu important, l'ajout d'étalons aux échantillons n'est pas nécessaire et un étalonnage ordinaire est habituellement suffisant.

14.2.2 Si les échantillons doivent être dilués pour l'analyse par absorption atomique en four de graphite, la dilution peut habituellement être faite en ajustant le rapport « volume de l'échantillon/volume du blanc » à la section Échantillonneur du programme.

Nota : On doit tenir compte de cette dilution lors des calculs effectués pour obtenir des résultats en ng/cigarette.

14.2.3 Dans le cas du dosage du Cd et/ou du Pb, il pourrait être nécessaire, avant l'analyse, d'effectuer une dilution manuelle en transvidant 1000 µL du produit de digestion dans une fiole jaugée de 10 mL, puis en complétant au trait avec de l'eau de type I.

Nota : Lorsque le dosage se fait par plasma inductif, on peut doser le Ni, le Pb, le Cd et le Cr sans dilution additionnelle des échantillons.

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

Nota : Les dilutions sont basées sur des valeurs « moyennes » rapportées dans les publications et calculées de manière indirecte. 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; et **5.** L'étage foliaire d'où proviennent les feuilles de l'échantillon de tabac (si celui-ci n'est pas un mélange).

15 ANALYSE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

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

15.1.1 Effectuer l'analyse des échantillons 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.

15.2 Dosage du Ni, du Pb, du Cd et du Cr par ICAP-AES

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

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

15.3 Calculs

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.

15.3.1 Résultat d'analyse (par cigarette) :

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

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

15.3.1.2 Calculer la teneur en matière particulaire totale, exprimée en mg/cigarette, en établissant la différence entre le poids du tampon-filtre pour fumée principale de tabac avant et après fumage, puis en divisant le résultat par le nombre de cigarettes fumées. Cette valeur est utilisée comme un indicateur de la reproductibilité de la méthode de fumage.

15.3.2 Dosage de la matière particulaire totale (MPT)

15.3.2.1 $MPT [mg/cigarette] = [Poids\ du\ tampon-fumée\ princ.\ après\ fumage\ (g) - Poids\ du\ tampon-fumée\ princ.\ avant\ fumage\ (g)] \times 1000\ mg/g / 4.$

Nota : Les métaux présents dans la phase particulaire et dans la phase gazeuse sont dosés ensemble.

16 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

16.1 Chaque série d'analyses doit comprendre chacun des éléments suivants pour chaque journée de fumage mécanique ou pour tout bloc de 24 analyses (20 à 22 échantillons véritables) :

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

16.1.2 Blanc fortifié (**BF**) : pour déterminer les pertes possibles d'analyte au cours de l'analyse.

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

- 16.1.4** 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, d'analyser au moins 10 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. Il serait alors nécessaire d'effectuer un pré lavage des tampons-filtres Cambridge pour fumée latérale avec une solution acide diluée pour tenter d'extraire les espèces métalliques qui contribueraient à la contamination de fond. Un tel traitement pourrait toutefois modifier les propriétés de filtration du tampon-filtre Cambridge et entraîner ainsi des différences entre la teneur en MPT de la fumée latérale de tabac obtenue avec cette méthode et les valeurs correspondantes avec d'autres méthodes.

16.2 Taux de récupération et niveaux de contamination

16.2.1 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.

16.2.2 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.

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

16.3 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 chaque instrument

16.3.1 La LDM peut être définie des façons suivantes:

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 deux et analyser le blanc au moins 10 fois.

16.3.2 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.

16.3.3 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.

16.3.4 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 LDM est égale à dix fois l'écart-type de ces résultats, ou
3. On peut aussi utiliser la méthode décrite en 2. et analyser le blanc.

16.3.5 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.

16.3.6 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.

16.4 Stabilité des réactifs et des échantillons

16.4.1 Les étalons secondaires et les étalons mixtes sont stables pendant une semaine.

16.4.2 De nouvelles solutions étalons de travail doivent être préparées tous les deux jours.

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

17 MODIFICATIONS POUR DES CONDITIONS INTENSES DE FUMAGE

17.1 Aucune modification n'est nécessaire pour des conditions intenses de fumage.

18 RÉFÉRENCES

18.1 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.

18.2 Perinelli, M.A. et Carugno, N., 1978. 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.

18.3 Westcott, D.T. et Spincer, D., 1974. The Cadmium, Nickel and Lead Content of Tobacco and Cigarette Smoke, *Beitrag zur Tabakforschung International*, Band 7, Heft 4, avril 1974, p. 217-221.

18.4 Nitsch, Alfred, et al, 1991. Schwermetalle in Tabaken und in Tabakrauch II: Spurenelemente Cadmium, Blei, Kupfer, Kobalt, und Nickel in osterreichischen

Zigaretten und deren Rauchkondensaten und Rauchgasen, *Beitrage zur Tabakforschung International*, Volume 15, N° 1, août 1991, p. 19-32.

- 18.5** Bell, Paul et Mulchi, Charles L., 1990. Heavy Metal Concentrations in Cigarette Blends, *Tobacco Science*, Vol. 34, 1990, p. 32-34.
- 18.6** Varian Analytical Methods for Graphite Tube Atomizers, Varian Australia Pty Ltd, Publication N° 85-100848-00, 1988.
- 18.7** Proctor, Christopher J., et al., Evaluation of an Apparatus Designed for the Collection of Sidestream *Tobacco Smoke*, *Analyst* Vol. 113, 1988, p. 1509-1513.
- 18.8** Rhodes, Charles B. et White, Ralph T., 1997. Mainstream Smoke Collection by Electrostatic Precipitation for Acid Dissolution in a Microwave Digestion System Prior to Trace Metal Determination, *Journal of AOAC International*, Vol. 80, N° 6, 1997, p. 1320-1331.
- 18.9** Gawalco, et al, 1997. 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.

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 fond : « On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : **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 fond : « On »

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

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : 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 fond :	« On »

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : Cr**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 (s) :	3,2
Échantillons multiples :	1
Correction fond :	« Off »

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

Dosage par absorption atomique en four de graphite de : 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 :	Normale
Longueur d'onde :	193,7
Injection de l'échantillon :	Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) :	3,0
Échantillons multiples :	1
Correction fond :	« On »

Modificateur de matrice : nitrate de nickel (100 µg/mL)**Dosage par absorption atomique en four de graphite de : 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 :	Normale
Longueur d'onde :	196,0
Injection de l'échantillon :	Échantillon pré-mélangé
Temps de mesure (s) :	3,0
Échantillons multiples :	1
Correction 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 de pointe

Programme pression/température/temps pour la digestion d'échantillons de fumée latérale 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 programmé selon la fonction « Run Time » (Temps d'exécution).

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	80

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.

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 de détection de l'échantillon (s) : 40

Régime de la pompe (tours/min) : 20

Délai de stabilisation de l'instrument (s) : 15

Durée du rinçage (s) : 10

Réglages généraux

Échantillons subdivisés : 3

Durée de lecture de l'échantillon subdivisé (s) : 3,0

Nombre d'étalons : 5

Réglages du nébuliseur à ultrasons

Unité de chauffage : 140

Refroidisseur : 2