

# La cigarette électronique de l'alchimie à la chimie

**Denis Ollivier, Céline Egasse,  
Emeline Duret, Muriel Landuré**



**Journée CECM d'automne  
27 novembre 2015**

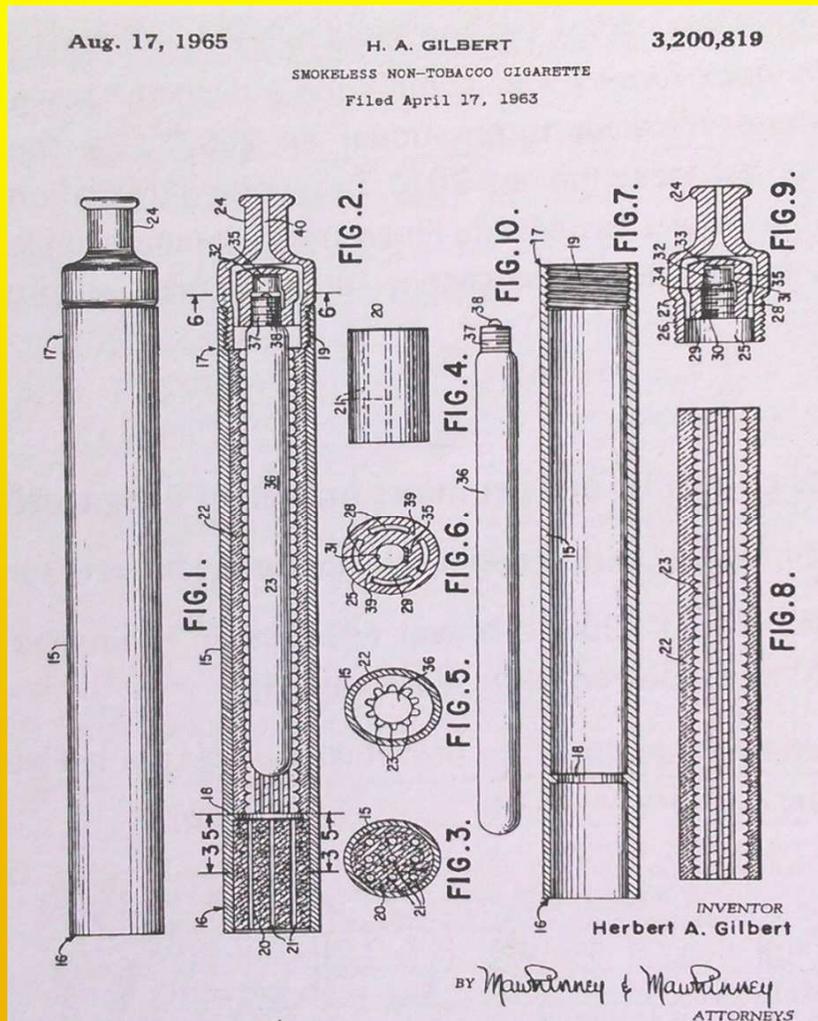


# PLAN DE LA PRÉSENTATION

- Un peu d'histoire
  - Le 1<sup>er</sup> brevet
    - Le dosage
- Les différents produits existant et leur fonctionnement
- Sa composition
- Les analyses pratiquées

# Un peu d'histoire

✓ Le 1er brevet a été déposé le 17 août 1963 mais il n'a jamais été exploité



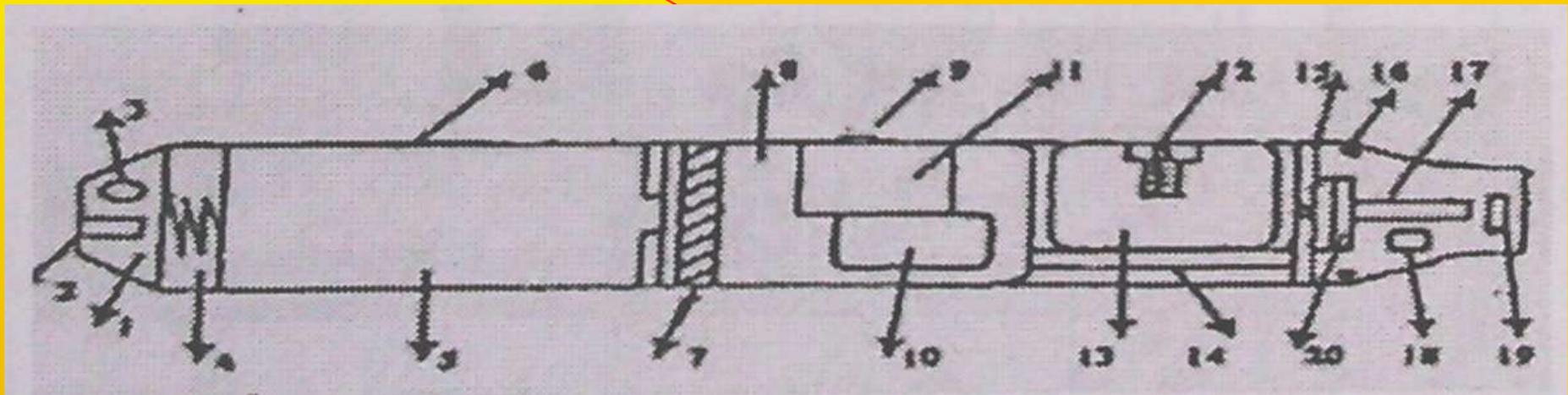
En 2000 c'est un pharmacien HON LIK qui invente le 1<sup>er</sup> dispositif à partir d'un dispositif piézoélectrique pour vaporiser une solution de nicotine dans du propylène glycol

2001 1<sup>er</sup> prototype avec une résistance

2005 miniaturisation du système par Soc. Chinoise et dépôt du terme e-cigarette...

# La cigarette électronique : le début

- Brevet Chinois de HON LIK en 2000 : cigarette sans fumé à pulvérisation électronique

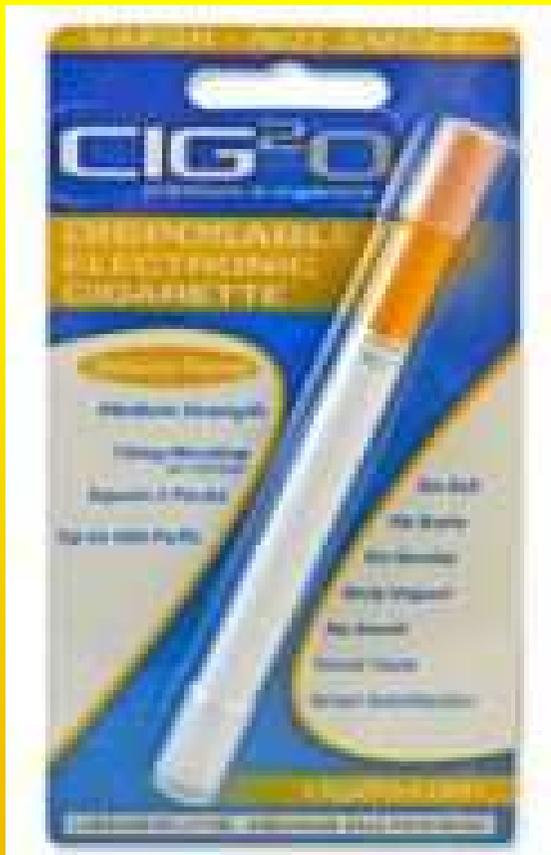


## Les différents produits existant : la cigarette électronique



➤ **Limite nicotine : 20mg/ml et flacon de 10ml maxi**

## Les différents produits existant : la cigarette électronique jetable



➤ **Limite nicotine : 10 mg et 2ml**

## Les différents produits existant : la Chicha



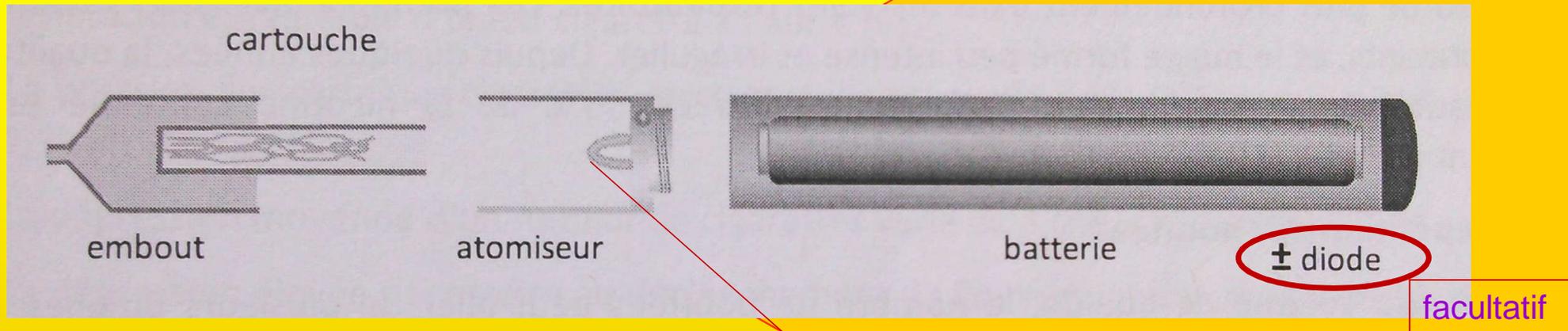
➤ Limite nicotine : 20mg/ml

## Les différents produits existant : le e-cigare et la e-pipe



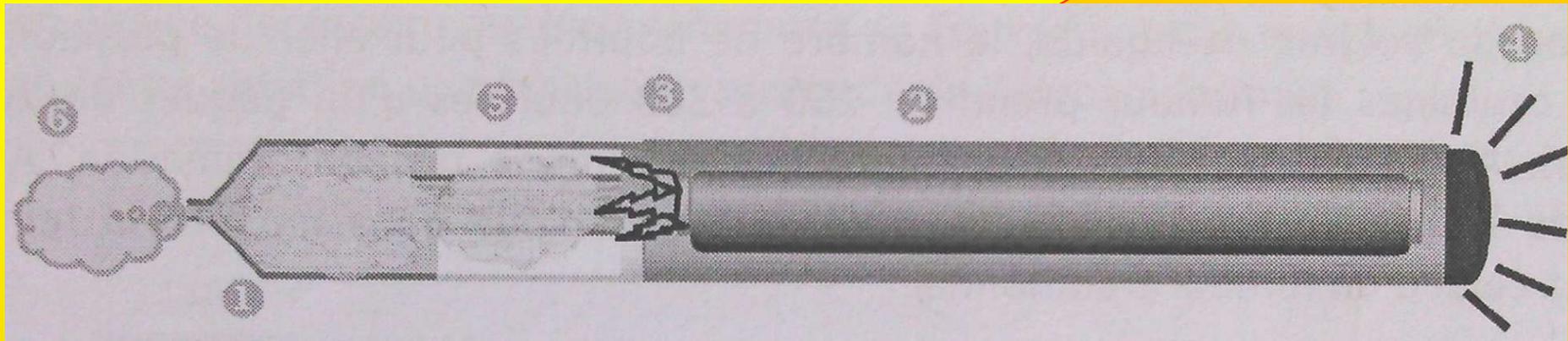
- **Limite nicotine : 20mg/ml**
- **Existe e-joints en Californie**

# La cigarette électronique: son fonctionnement



- Atomiseur : converti le e-liquide en brouillard simulant la fumée par action d'une résistance chauffante (spirale ou treillis métallique, 1 à 3  $\Omega$ )
- Embout avec micro-valve : sensible à la dépression provoquée par l'inspiration ou contacteur manuel → alimentation par la pile de l'atomiseur

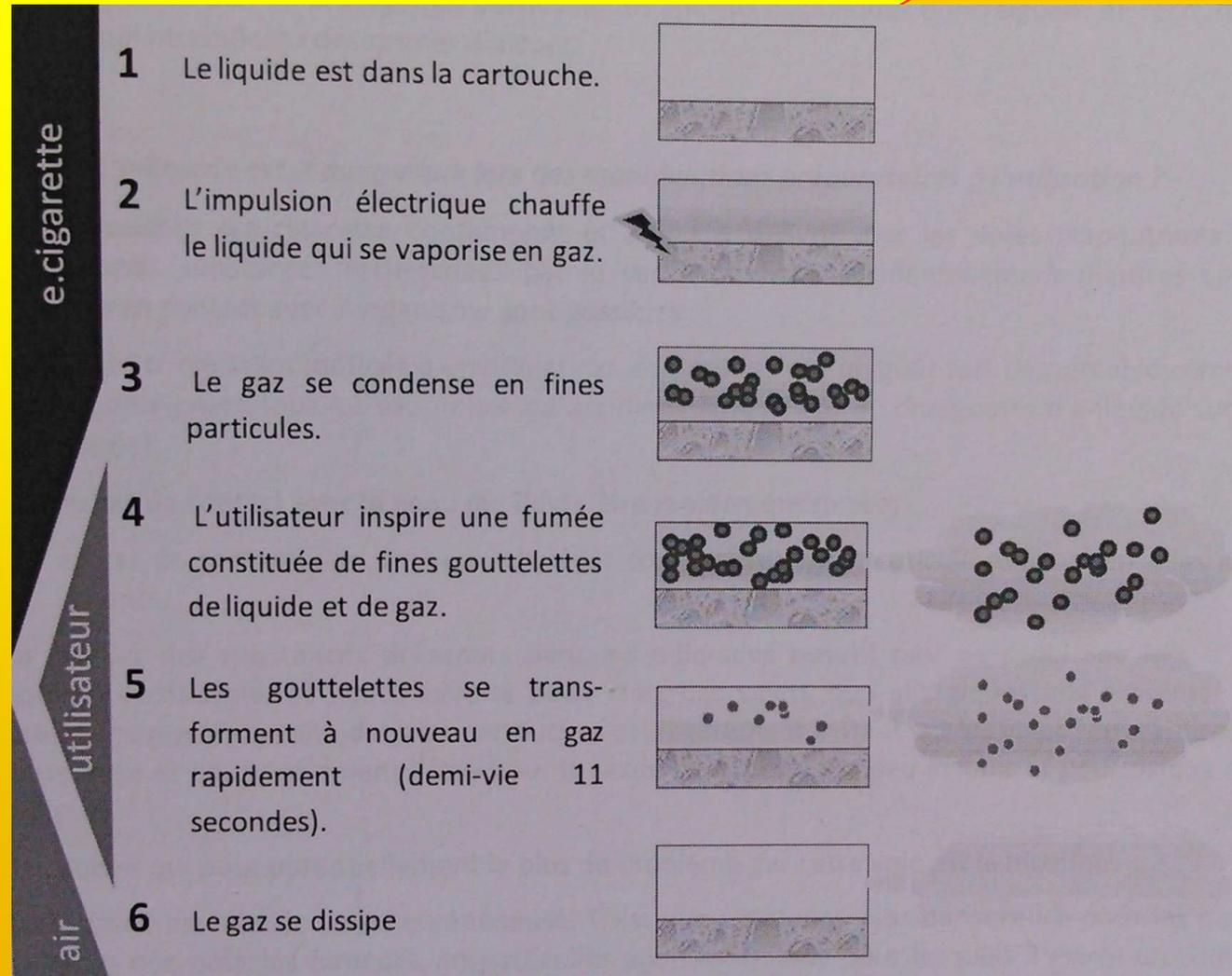
# La cigarette électronique: son fonctionnement



- 1<sup>er</sup> aspiration ou pression contacteur : enclenchement du processus
- 2<sup>e</sup> chauffage instantanée de la résistance ( 4<sup>e</sup> allumage de la diode si existe)
- 3<sup>e</sup> la T du filament monte entre 50 et 250°C, transformation du e-liquide, absorbé sur les fils de la mèche, en gaz
- 5<sup>e</sup> le gaz formé par l'atomiseur se refroidit et forme de très fines gouttelettes qui constituent le brouillard simulant la fumé d'une cigarette → 6<sup>e</sup>

# La cigarette électronique: son fonctionnement

➤ brevet



# La cigarette électronique: son vocabulaire, sa problématique

- Fumée : « ensemble de produits gazeux qui se dégagent de certains corps en combustion et qui sont rendus opaques par des particules solides ou liquides dont ils sont en chargés » (Dico: Larousse, celui de l'Académie parle de haute température mais pas de combustion)
  - Le produit qui s'échappe de la e-cig répond incomplètement à la définition du Larousse car pas de particules mais répond à l'Académie car Hte température (±)
- Vapeur : « gaz résultant de la vaporisation d'un liquide ou de la sublimation d'un solide »
  - Le produit qui s'échappe de la e-cig ne répond pas à cette définition

# La cigarette électronique: son vocabulaire, sa problématique

- **Aérosol** : « dispersion en particules très fines d'un liquide, d'une solution ou d'un solide dans un gaz »
  - Le produit qui s'échappe de la e-cig répondrait à cette définition
  - Mélange de gaz et de gouttelettes de propylène glycol et de glycérol + autres pdts
- **e- vapeur** : repris par les fabricants /fumée, vapoter issu des forums de discussion

# La cigarette électronique: sa composition, sa réglementation

## ➤ Composition :

➤ Du propylène glycol et/ou du glycérol (GV) , de la nicotine, des arômes, des colorants, de l'alcool, de l'eau

➤ Si le produit contient plus de 20mg/ml (ou si revendication anti-tabagique) alors AMM (aucune à ce jour)

➤ En générale teneur en nicotine de 0 à 18 mg/ml (40% des vapoteurs sont entre 7 et 12 mg/ml)

➤ Étiquetage spécifique / nicotine (toxique), bouchon de sécurité pour flacons

# La cigarette électronique: sa composition, sa réglementation

## ➤ Arômes : utilisation d'arômes artificiels ou naturels

- Le règlement CE n°1334/2008 prévoit une liste limitative des substances aromatisantes alimentaires et des valeurs limites par ingestion mais rien n'est prévu pour l'inhalation

## ➤ Agents de saveur :

- Si la e-cig était un produit du tabac, les additifs et agents de saveur ne pourraient être que ceux de la liste déposée à ce jour (499 produits déclarés par les cigarettiers)
- Si la e-cig était un médicament, alors étude pour AMM
- Comme la e-cig est un « produit de conso » courant inhalé pas de limite à ce jour mais création d'une commission AFNOR en la matière (mai 2014)

# La cigarette électronique: sa composition

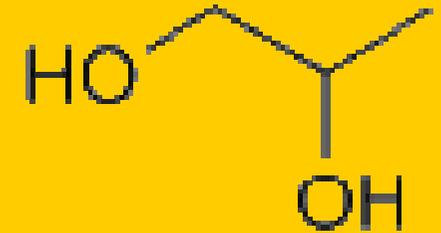


## ➤ Les arômes : il existe de nombreux parfums

- Aux goûts de tabac : tabac blond (avec rappel à des MR), menthol,...
- Aux goûts de fruits : pêche, nanas, noix de coco, banane,...
- Aux goûts divers : menthe, coca-cola, chocolat, ..., cannabis, ...
  - Très souvent étiquetage avec « Goût de ... » avec fruits sur étiquetage...
  - Pas beaucoup d'étude sur transformation avec la chaleur des arômes : études sur des cellules épithéliales en culture / fumée de cigarettes et par e-liq → légère toxicité avec arôme café à forte conc.

# La cigarette électronique: sa composition

## ➤ Le propylène glycol : (de 70 à 80% de la composition / glycérol)



➤ 3000 ppm dans les aliments

➤ 1000 ppm dans les boissons

➤ Produit utilisé pour les cigarettes classique comme agent humectant qui agit en capturant l'eau donc évite un dessèchement du tabac. Dans e-cig utilisé pour produire l'aérosol et renforcer les arômes

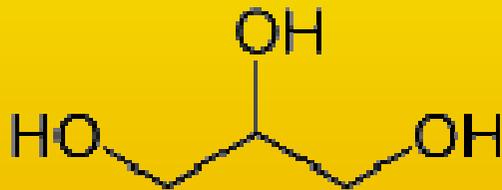
➤ Test effectué sur volontaire avec une ambiance à 309mg/m<sup>3</sup> → irritation des yeux (mais teneur beaucoup + forte que e-cig)

➤ Pas de réglementation à exposition, considéré comme peu toxique, non cancérogène, non toxique pour la reproduction mais suspecté de l'être à long terme par inhalation (limite en UK)

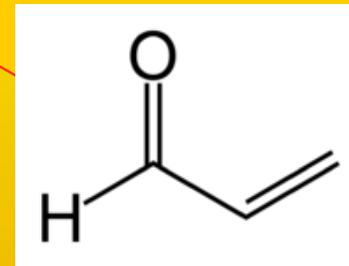
# La cigarette électronique: sa composition

## ➤ Le glycérol : ou glycérine végétale (E422) (20 à 30%/PPG)

- Arrêté du 30/6/2004 valeurs limites d'exposition / Travail : aérosol de glycérol = 10mg/m<sup>3</sup>
- 1000 ppm dans les boissons
- Produit utilisé pour e-cig utilisé pour produire l'aérosol et renforcer les arômes (-)
- Pas de réglementation à exposition, considéré comme peu toxique, non cancérigène, non toxique pour la reproduction, il serait irritant pour les yeux et les voies respiratoires, limite de 10mg/m<sup>3</sup> en Belgique



Si T > à 171°C



# La cigarette électronique: sa composition

## ➤ Le nicotine : ou

- La nicotine (qui doit son nom au fait que le tabac a été introduit en France par Jean Nicot) est un alcaloïde présent dans les plantes de la famille des solanacées, notamment dans les feuilles de tabac. La nicotine confère aux plantes des propriétés acaricides, insecticides et fongicides. Chez l'homme, la nicotine est responsable de la dépendance au tabac.
- Production pas synthèse possible mais mélange racémique et seul la (-) nicotine est active (produite dans tabac) donc plus simple de l'extraire du plant de tabac (→ 5% des feuilles)



 SCL



Laboratoire de Marseille  
Service Commun des Laboratoires du MINEFI

# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

## ➤ Par les fabricants :

- Taux de nicotine : qui doit être celui indiqué à 5 % près;
- Taux de propylène glycol ;
- Taux de glycérol ;
- Taux d'éthanol, éventuellement ;
- Taux de tous les produits éventuellement présent à plus de 0,1% dans e-liq ;
- La vérification de l'absence ( au dessus d'un seuil à déterminer ) de :
  - ✓ Diéthylène glycol ;
  - ✓ Acétaldehyde ;
  - ✓ Acroléine ;
  - ✓ Autres CMR ;
  - ✓ Métaux lourds ;
  - ✓ Parabènes ;
  - ✓ ....

## ➤ Prévision d'études d'émission des e-liq: soit dans une pièce soit sur appareillage

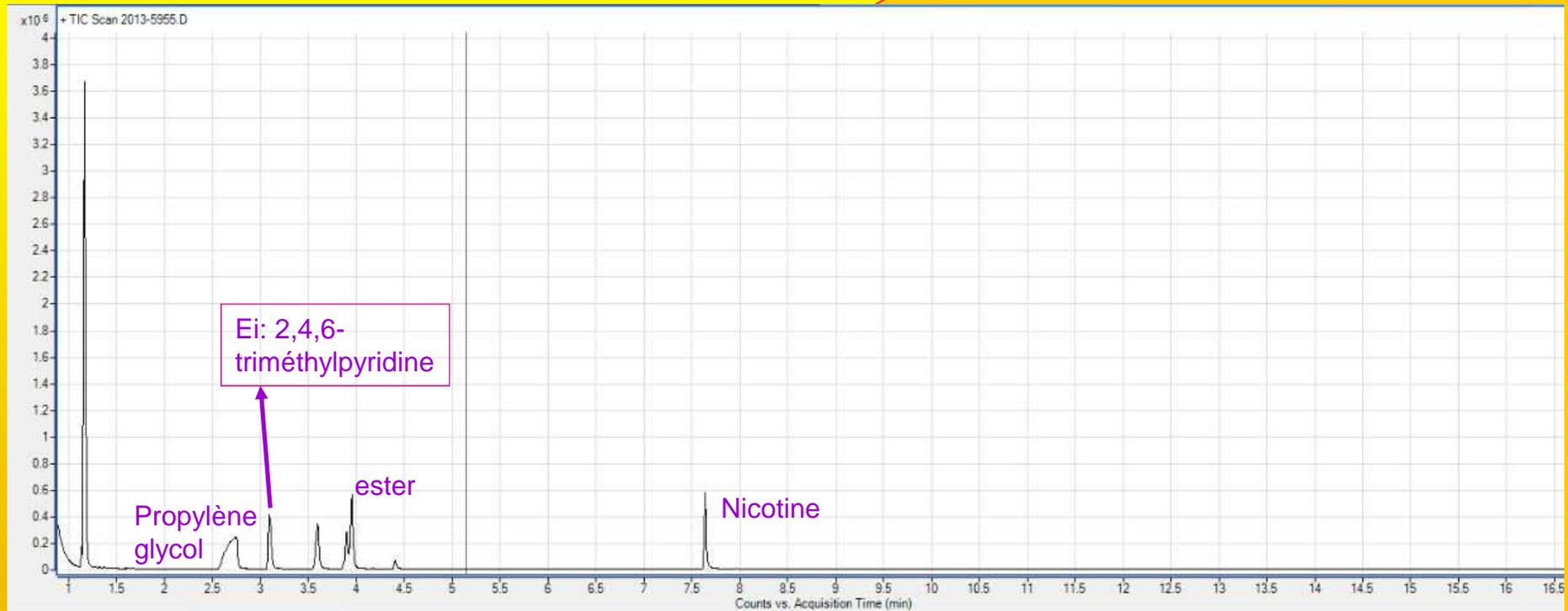
# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

## ➤ Dosage de la nicotine GC-FID, GC-MS, HPTLC

- GC-FID : méthode de choix des cigarettiers qui utilise cette technique normalisée après la machine à fumer. Mais problème d'avoir 2 pics pour la nicotine lié à sa protonation (Norme XP D 90-300-2 de Mars 2015 Cigarettes électroniques et e-liquides —Partie 2 : Exigences et méthodes d'essai relatives aux e-liquides)
- GC-MS: méthode de choix pour le laboratoire de contrôle car permet de vérifier en même temps une partie des composés aromatiques / étiquetage (Norme XP D 90-300-2 )
- HPTLC: (cf. site du CECM : conférence de Sophie Lavoine) idéal pour contrôle Mat. Première

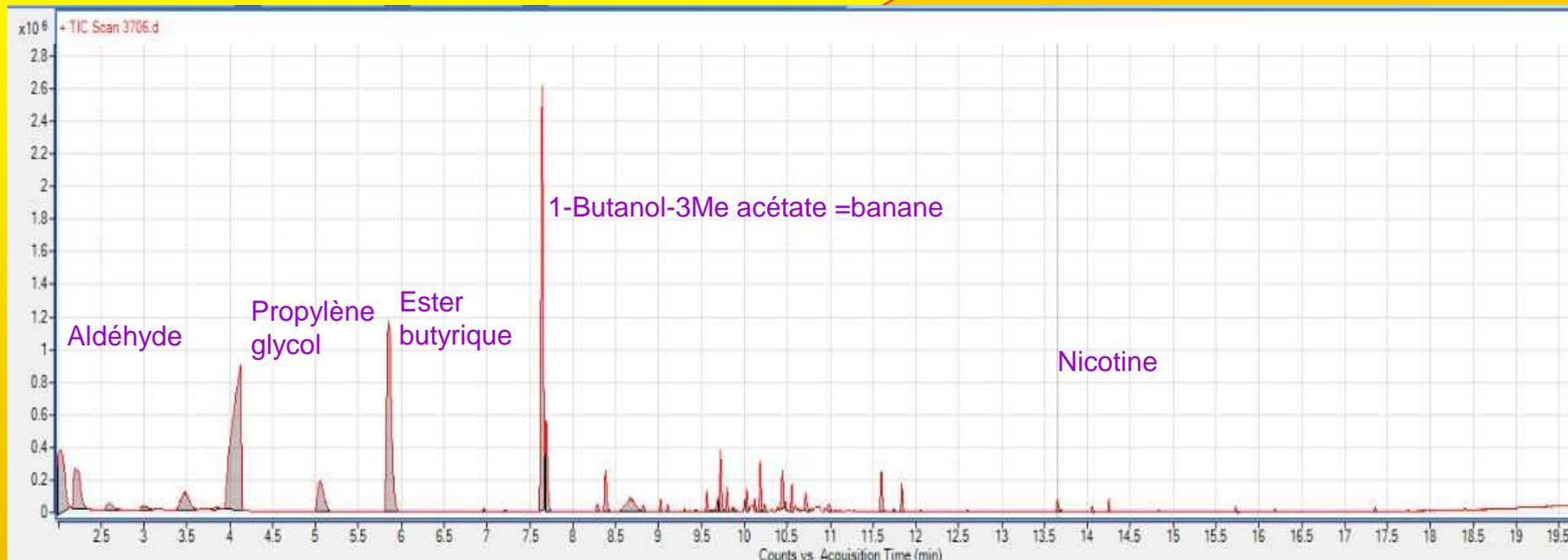
# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

## ➤ Dosage de la nicotine par GC-MS



# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

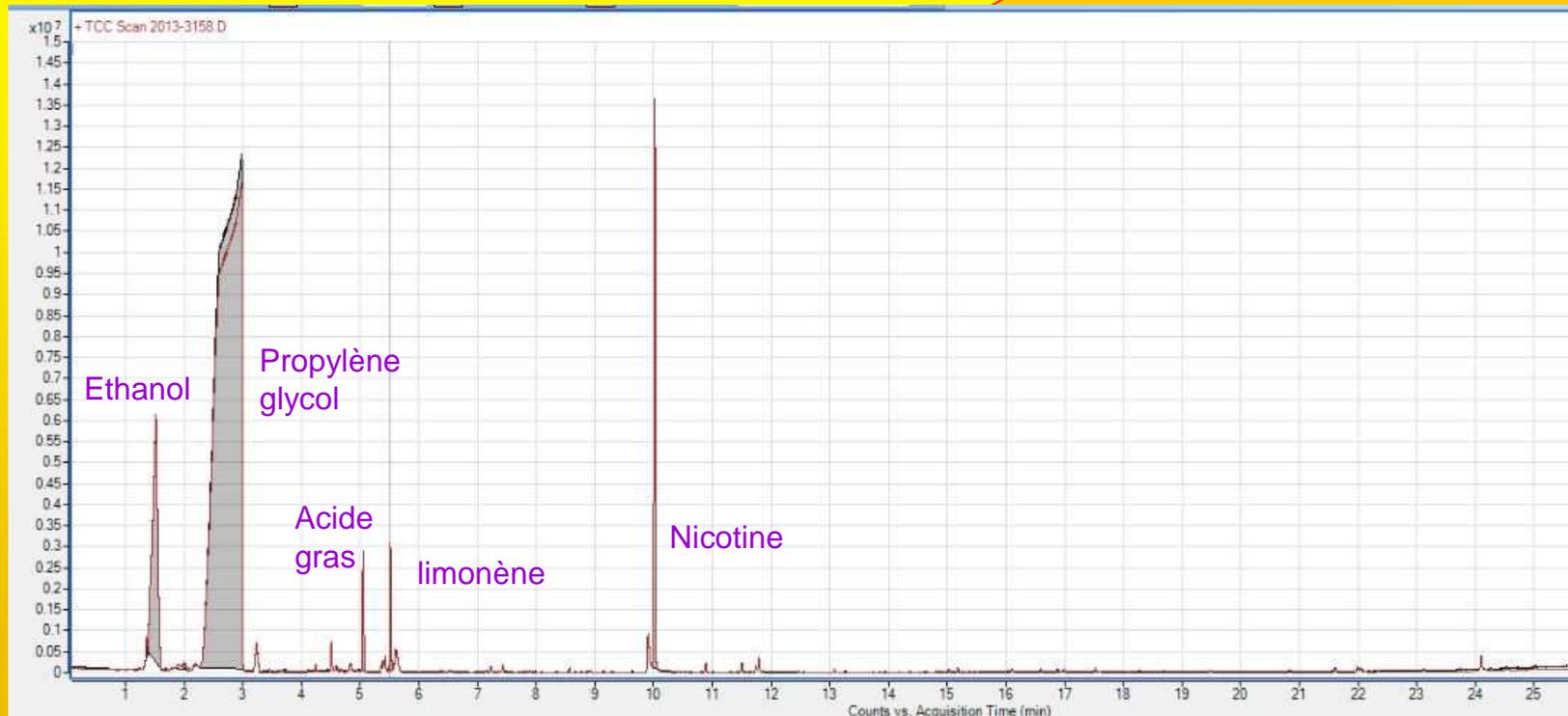
- Possibilité d'utiliser un HS-GC-MS - statique, pour composition



Système GERSTEL avec  
seringue à gaz

# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

- Possibilité d'utiliser un HS-GC-MS - dynamique, pour composition



# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

- Prévision d'études d'émission des e-liq:  
soit dans une pièce, soit sur appareillage
- Utilisation de machine à fumer reliée à un GC-MS
- Possibilité d'utiliser un HS-GC-MS statique ou dynamique

# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

- Prévision d'études d'émission des e-liq: dosage des aldéhydes par espace de tête dynamique avec dérivatisation des composés

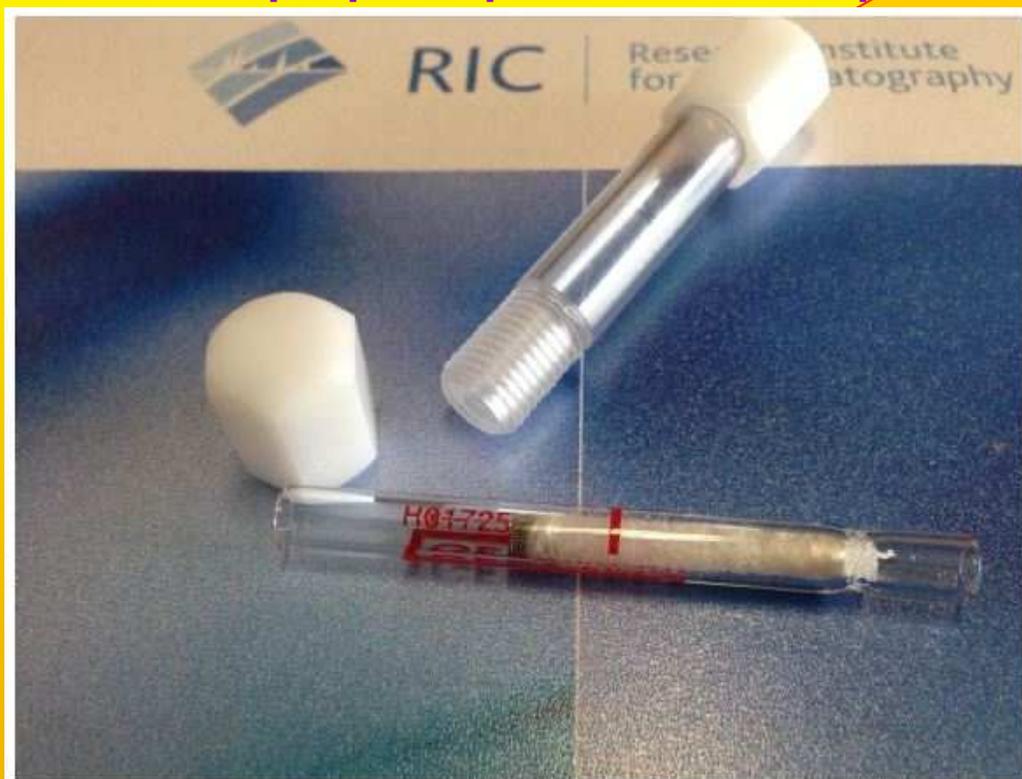


Determination of volatile aldehyde compounds in samples using PFBOA impregnated PDMS tubes, DHS sampling and GCMS analysis in SIM-mode :  
Christophe Devos, Frank David, Pat Sandra RIC



# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

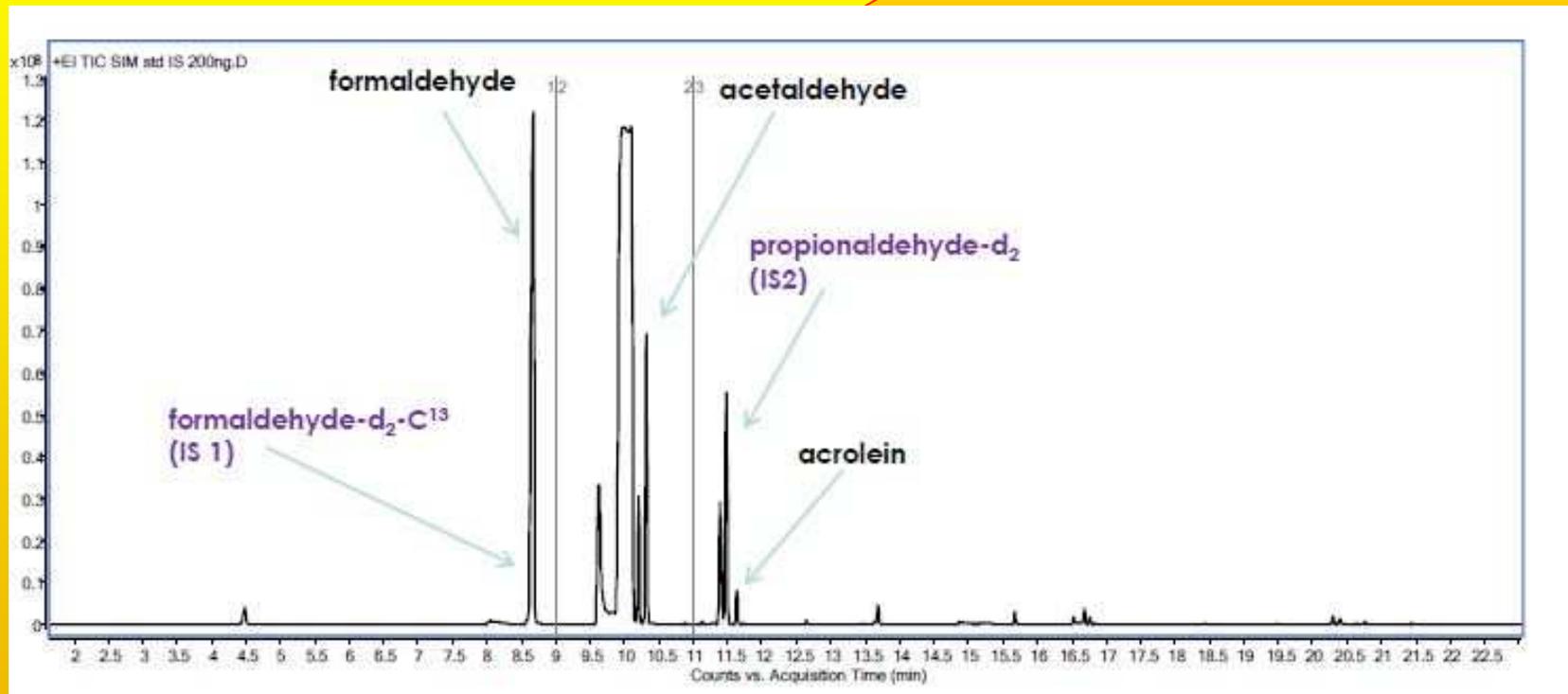
- Prévision d'études d'émission des e-liq: dosage des aldéhydes par espace de tête dynamique avec dérivatisation des composés
- imprégnation du tube en Tenax par du Pentafluorobenzyl hydroxylamine, de façon automatique par le passeur et désorption du e-liquide sur ce tube



Difficulté : définir les bonnes températures de chauffage du e-liq pour représenter la réalité de l'utilisation (bonne utilisation et utilisation prévisible)

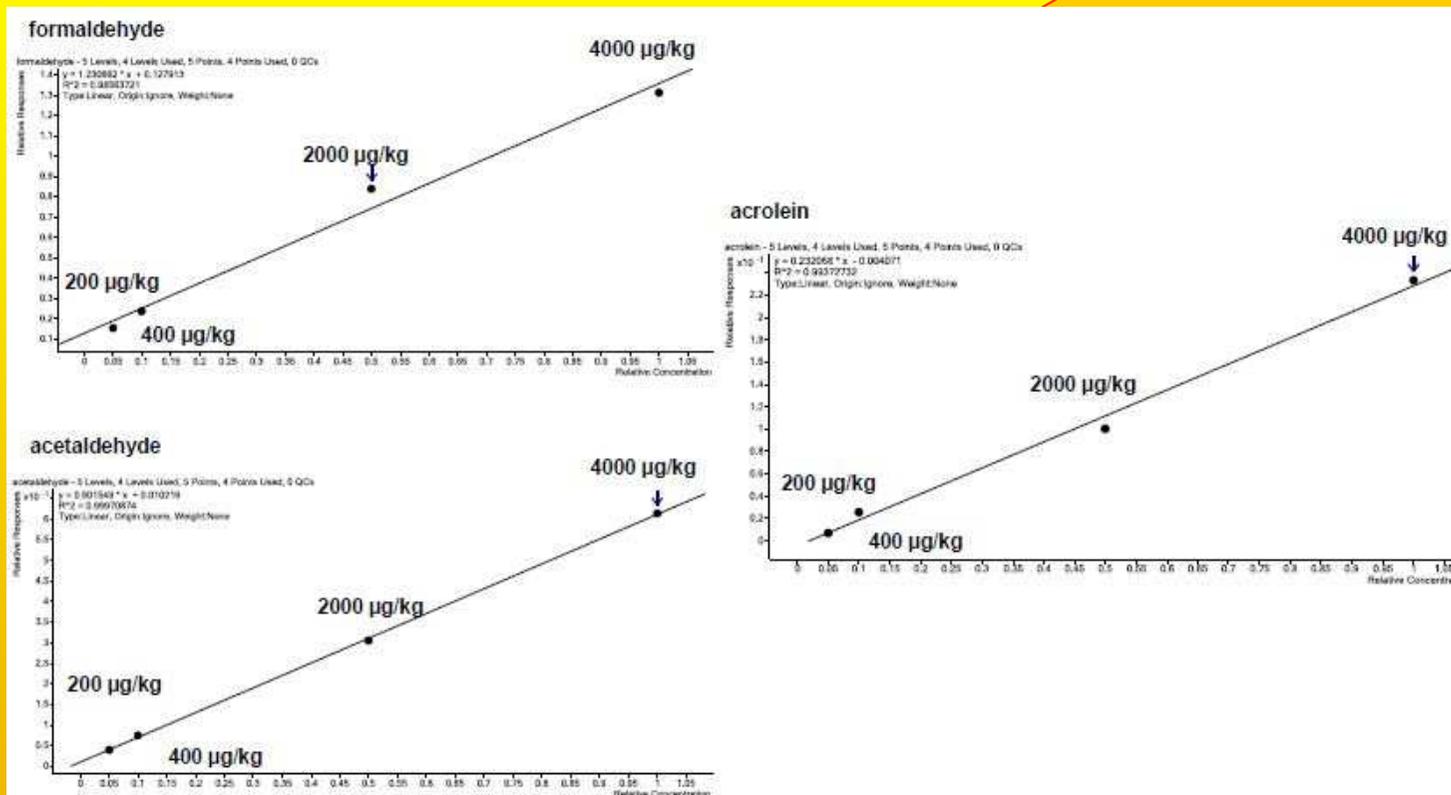
# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

- Prévision d'études d'émission des e-liq: dosage des aldéhydes par espace de tête dynamique avec dérivatisation des composés



# La cigarette électronique: les analyses à mettre en place

- Prévision d'études d'émission des e-liq: dosage des aldéhydes par espace de tête dynamique avec dérivation des composés



Méthode qui donne une bonne linéarité et une bonne sensibilité

## Réglementation sur les e-cig

- Directive 2014/40/UE relative au rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives des États membres en matière de fabrication, de présentation et de vente des produits du tabac et des produits connexes
- Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le 20 mai 2016.

## Aspect sécurité des e-cig

- Enquête DGCCRF 2014
- Les 110 analyses chimiques sur des références de liquides de recharges ont révélé :
  - 8 produits conformes
  - 99 produits non conformes dont 7 non conformes et dangereux pour motif d'absence de tout étiquetage de danger ou d'absence de dispositif de fermeture de sécurité à l'épreuve des enfants.
  - **21 modèles de chargeurs ont été prélevés en vue d'une analyse de leur sécurité électrique :**
    - 8 produits conformes
    - 13 produits non conformes dont 9 non conformes et dangereux en raison de leur non-respect de la réglementation pouvant présenter des risques de choc électrique liés à un défaut d'isolation.

## Conclusion sur l'alchimie des e-cig

- Aspect sécurité
- Si les produits issus de la fabrication sont de bonne qualité et que la température n'est pas excessive alors peut être moins de risque
- Aspect contrôle et réglementaire
- Si la mise en place de la normalisation est efficace,
- Si une réglementation stricte se met en place / UE

# Aspect sécurité des e-cig ≠ cigarette (tabac)

Les principales substances toxiques  
retrouvées dans le tabac :  
connues

Les principales substances toxiques  
retrouvées dans la e-cigarette :  
à découvrir...



Alors la cigarette électronique de l'alchimie ou de la chimie ?

- À consommer avec modération...

- Merci de votre attention