

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

CIGARRILLOS. DETERMINACION DE AGUA EN CONDENSADOS DE HUMO. PARTE 1: METODO POR CROMATOGRAFIA GASEOSA (ISO 10362-1: 1999, IDT)

Cigarettes. Determination of water in smoke condensates
Part 1: Gas-chromatographic method

ICS: 65.160

1. Edición Noviembre 2002

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido preparada por el NC/CTN 1 de Tabaco y sus Productos en el que están representadas las entidades siguientes:
 - Ministerio de la Agricultura
 - Instituto de Investigaciones del Tabaco
 - Unión de Empresas del Tabaco
 - Habanos S.A.
 - Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal
 - Brascuba S.A.
 - Instituto de Investigaciones en Normalización
 - Oficina Nacional de Normalización

- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la ISO 10362-1: 1999 Cigarettes-Determination of water in smoke condensates-Part 1: Gas-chromatographic method.

- Consta del Anexo A, informativo.

© NC, 2002

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

**Oficina Nacional de Normalización (NC).
Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.**

Impreso en Cuba

Introducción

Esta parte de la NC-ISO 10362 puede ser considerada como parte de un grupo de normas, que describen la determinación de la materia particulada total y la materia particulada seca libre de nicotina (NFDPM) en el condensado de humo de los cigarrillos.

El grupo de normas fue elaborado por el ISO/TC 126 "Tabaco y productos del tabaco" y a su vez el NC/CTN 1 "Tabaco y productos del tabaco" trabaja en la adopción de este grupo de normas que lo conforman: ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315 y NC-ISO 10362-1.

El Anexo A brinda información sobre el uso de este método en conjunto o simultáneamente con el método por cromatografía gaseosa para la determinación de nicotina, descrita en la ISO 10315.

CIGARRILLOS. DETERMINACION DE AGUA EN CONDENSADOS DE HUMO. PARTE 1: METODO POR CROMATOGRAFIA GASEOSA

1 Objeto

Esta norma cubana especifica un método para la determinación por cromatografía gaseosa de agua en los condensados de humo de los cigarrillos. El fumaje de los cigarrillos y la recolección de la corriente principal del humo son normalmente llevadas a cabo de acuerdo con ISO 4387. Sin embargo, el método de esta norma es aplicable a la determinación de agua en condensados de humo obtenidos por fumadas no normalizados.

NOTA: De no existir las condiciones para la aplicación del método por cromatografía gaseosa la determinación de agua puede realizarse por un método de Karl Fischer (NC-ISO 10362-2). En tales casos los valores obtenidos para el agua en el condensado de humo pueden ser usados con la adición de una nota en la expresión de los resultados

2 Referencias Normativas

La siguiente norma contiene disposiciones que, al ser citadas en el texto, constituyen disposiciones de esta Norma Cubana. La edición indicada estaba en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión se recomienda a aquellos que realicen acuerdos sobre la base de ella que analicen la conveniencia de usar edición más reciente de la norma citada seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee la información de las Normas Cubanas e Internacionales vigentes en todo momento.

ISO 4387:2000 *Cigarettes — Determination of total and nicotine-free dry particulate matter using a routine analytical smoking machine*

NC-ISO 10362-2:2001 Cigarrillos. Determinación de agua en el condensado de humo — Parte 2: Método Karl Fischer

3 Principio

Se basa en la disolución del condensado de humo de la corriente principal del humo en un solvente que contiene un patrón interno. La determinación por cromatografía gaseosa del contenido de agua en una alícuota de la solución y el cálculo de ésta en el condensado de humo total

4 Reactivos químicos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido

4.1 Gas Portador: Helio o nitrógeno de alta pureza (ver NOTA en 6.2).

4.2 Propan-2-ol (Isopropanol, 2-propanol): Contenido de agua máximo 1.0 mg/ml.

4.3 Patrón Interno: Etanol o metanol (de pureza de al menos 99%).

4.4 Solvente de extracción: Isopropanol (4.2) conteniendo una concentración apropiada de patrón interno (4.3) normalmente 5 ml por litro.

El solvente almacenado fuera de la temperatura controlada de laboratorio, debe ser equilibrado a $(22 \pm 2)^\circ \text{C}$ antes de su uso.

4.5 Sustancia de referencia: Agua destilada o desionizada

4.6 Soluciones de calibración

Preparar una serie de al menos cuatro soluciones de calibración cuyas concentraciones de agua añadida cubran el rango dentro del cual se espera caiga la porción de muestra (usualmente por encima de 4 mg/ml.), añadiendo cantidades pesadas de agua (4.5) al solvente (4.4). Uno de los puntos de calibración puede ser el solvente sin el agua añadida (blanco de solvente).

Para prevenir que sea absorbida agua en el frasco del solvente, debe ser fijada una trampa de agua y todas las soluciones deben ser selladas. El solvente debe ser agitado continuamente para asegurar la homogeneidad de la concentración de agua en el solvente. Las soluciones de calibración deben ser hechas usando un solvente de extracción del mismo lote usado en 6.1.

Se recomienda que las soluciones de calibración sean preparadas semanalmente.

5 Aparatos

Se utilizan aparatos normales de laboratorio y en particular los siguientes:

5.1 Cromatógrafo gaseoso, equipado con detector de conductividad térmica, registrador o integrador u otro equipo adecuado para registrar los datos.

La cristalería y los septum para viales deben ser guardados en desecadora antes de usarse.

5.2 Columna, con un diámetro interno entre 2mm y 4mm y preferiblemente un largo de 1.5m a 2m.

Fase estacionaria: Porapak Q¹⁾, 150 μm (100 mesh) a 190 μm (80 mesh).

La columna es preferiblemente hecha de acero inoxidable desactivado, pero pueden usarse otros materiales como cristal o níquel. Como fase estacionaria puede usarse el Porapak QS o el Chromosorb 102¹⁾.

5.3 Sistema de dispensación, preferiblemente automático, capaz de entregar el volumen requerido de solvente. (4.4).

El sistema dispensador debe ser enjuagado antes de usarlo descargando un volumen de solvente de al menos 50 ml, el que se rechazará.

¹⁾ Ejemplos disponibles comercialmente son el Porapak Q, Porapak QS y Chromosorb 102. Esta información es dada por la conveniencia de los usuarios de esta norma y no constituye una obligación.

6 Procedimiento

6.1 Porción de ensayo

Preparar la porción de ensayo disolviendo el condensado de humo obtenido por fumar en la máquina un número conocido de cigarrillos en un volumen fijo de solvente (4.4) de 20 ml para los discos de 44 mm o 50 ml para los discos de 92mm, asegurando que el disco este totalmente cubierto. El volumen debe ser ajustado para tener una concentración de agua apropiada que caiga dentro del gráfico de calibración (6.3). y que haya un volumen adecuado para la extracción efectiva del condensado de humo. Para la fumada patrón ver ISO 4387.

6.2 Preparación del equipamiento.

Encender los equipos y operar el cromatógrafo gaseoso (5.1) de acuerdo a las instrucciones del proveedor. Asegurar que los picos para agua, patrón interno y solvente estén bien resueltos, el tiempo del análisis será de aproximadamente 4 minutos. Acondicionar el sistema hasta que este listo para su uso inyectando una alícuota de 2 μ l del solvente de extracción.

Condiciones adecuadas de operación son las siguientes:

- Temperatura de la columna: 170 °C (isotérmico).
- Temperatura de inyección: 250 °C
- Temperatura del detector: 250 °C
- Gas portador: helio a un flujo constante de aprox. 30 ml/min
- Volumen de inyección: 2 μ l.

NOTA: Puede utilizarse nitrógeno como gas portador si la sensibilidad del detector es lo suficientemente alta.

6.3 Calibración del cromatógrafo gaseoso

Inyectar en el cromatógrafo gaseoso una alícuota (2 μ l) de cada uno de las soluciones de calibración (4.6). Registrar los picos de las áreas (o las alturas) del agua y del patrón interno(4.3). Llevar a cabo las determinaciones al menos 2 veces.

Calcular la razón entre el pico del agua y el pico del patrón interno a partir de los datos de área o altura de pico para cada una de las soluciones de calibración, incluyendo el blanco de solvente. Plotear el gráfico de las concentraciones de agua añadida de acuerdo con el área de las razones o calcular una ecuación de regresión lineal para esos datos. Use la ecuación de regresión lineal.

Realizar diariamente el proceso de calibración completo. Además inyecte una alícuota de un patrón de concentración intermedia después de cada 20 determinaciones. Si la concentración calculada para esta solución difiere más del 5% del valor original, repita todo el proceso de calibración completo.

NOTA: La línea de regresión no pasa por el origen debido al agua presente en el solvente de extracción.

Si el contenido de agua del solvente excede 1.0 mg/ml, el lote debe ser rechazado.

6.4 Ensayo en blanco

Debido a la absorción del agua por las trampas de humo y el solvente, es necesario determinar un valor para la muestra en blanco. Preparar muestras en blanco tratando trampas de humo adicionales incluyendo los filtros (al menos dos por cada 100 cigarrillos fumados) de la misma forma que la usada para coleccionar el humo. Colocarlas cerca de la máquina de fumar durante la fumada, extraerlas y analizarlas junto con las muestras de humo.

6.5 Determinación

Inyectar alícuotas (2µl) de la porción de ensayo de las trampas de humo (6.1) y de las trampas en blanco (6.4). Calcular la razón del pico del agua / pico del patrón interno a partir de los datos del área (o la altura) del pico.

Llevar a cabo la determinación al menos dos veces bajo idénticas condiciones. Calcular el valor medio de la razón de las determinaciones replicadas.

NOTA: Cuando los resultados son obtenidos de canales de fumar separados y cuando se usa un inyector automático, se considera adecuada una sola porción alícuota de las trampas de humo.

7 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de agua de los extractos de la trampa de humo y de la trampa en blanco usando el gráfico o la ecuación de regresión lineal preparada en 6.3.

El contenido de agua del humo, m_w , en miligramos por cigarrillos está dado por la ecuación

$$m_w = \frac{\rho_{ws} - \rho_{wb}}{q} \times V_{es}$$

donde:

ρ_{ws} es la concentración de agua en la trampa de humo de la muestra, en miligramos por mililitro.

ρ_{wb} es la concentración de agua en la trampa de humo en blanco, en miligramos por mililitro.

q es el número de cigarrillos fumados en la trampa de humo.

V_{es} es el volumen del solvente de extracción en el cual fueron disueltos los contenidos de las trampas.

Expresar los resultados del ensayo en miligramos por cigarrillo, con una exactitud de 0.01 mg para cada canal y con exactitud de 0.1 mg para el promedio por cigarrillo.

8 Repetibilidad y reproducibilidad

Un estudio colaborativo internacional efectuado en 1990 donde participaron 30 laboratorios y utilizando seis muestras, demostró que cuando son fumados cigarrillos de acuerdo con la ISO 4387 y el resultado de las soluciones del fumado son analizados por este método, se obtienen los valores de límites de repetibilidad (R) y de límites de reproducibilidad que aparecen en la Tabla 1.

La diferencia entre dos resultados encontrados en muestras de cigarrillos semejantes por un mismo operador usando el mismo aparato en el menor tiempo posible, no excederá los límites de repetibilidad (r) como media no más de uno en 20 casos con una normal y correcta operación del método.

Los resultados en muestras de cigarrillos semejantes reportadas por dos laboratorios diferirán de los límites de reproducibilidad (R) como media no más de uno en 20 casos con una normal y correcta operación del método.

Para el propósito del cálculo de r y R , el resultado de un ensayo fue definido como el valor promedio obtenido de fumar 20 cigarrillos en una sola tanda.

Valor medio mW mg por cigarrillo	Límite de repetibilidad r mg por cigarrillo	Límite de reproducibilidad R mg por cigarrillo
0,083	0,154	0,241
0,153	0,228	0,353
0,338	0,272	0,381
0,962	0,407	0,734
1,595	0,561	0,935
3,187	0,908	1,680

Para detalles adicionales de la interacción de r y R con otros factores, ver Informe CORESTA 91/1
El tema de las tolerancias adecuado al muestreo está tratado en la ISO 8243

9 Informe de ensayo

El reporte de ensayo debe mostrar el contenido de agua por cigarrillo fumado y el método utilizado y debe incluir todas las condiciones que pueden afectar el resultado (ej. condiciones atmosféricas durante la fumada). También se deben mostrar todos los detalles necesarios para la identificación de los cigarrillos fumados.

Anexo A
(informativo)

Uso del método en conjunción con el método de determinación de nicotina

Este método puede ser usado en conjunción con el método gas-cromatográfico para la determinación de nicotina en los condensados de humo especificados en la ISO 10315. Esto puede llevarse a cabo como sigue:

- Adicionar en el solvente descrito en 4.4, una cantidad apropiada del patrón interno especificado para la determinación de nicotina.
- Inyectar una alícuota de la solución de condensado de humo en una columna para el análisis de nicotina, la cual está conectada con un detector de ionización de llama de la misma forma que la columna para agua y el detector descritos en este método.

Un análisis simultáneo automatizado de nicotina y agua puede realizarse usando un sistema de bifurcación (splitter) o un inyector automático con dos posiciones de inyección. Cuando se determina la nicotina y el agua de una misma muestra secuencialmente, la determinación de agua se realizará primero, para prevenir que la absorción de agua por la muestra afecte el resultado final.

Bibliografía

ISO 3308, *Routine analytical cigarette — Smoking machine — Definitions and standards conditions*

ISO 3402, *Tobacco and tobacco products — Atmosphere for conditioning and testing cigarettes sampling*

ISO 8243 *Cigarettes. Sampling*

ISO 10315, *Cigarettes — Determination of nicotine in smoke condensates — Gas-chromatographic method*

NC-ISO 10362-2, *Cigarrillos — Determinación de agua en condensados de humo — Parte 2: Método de Karl Fischer.*

CORESTA Report 91/1, *Internal Bulletin of Cooperation of the centre for scientific research relative to tobacco, 1991-1, ISSN0525-6240*