

**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 2: METODO DE KARL FISCHER (ISO 10362-2: 1994, IDT)**

Cigarettes. Determination of water in smoke condensates.  
Part 2: Karl Fischer 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](mailto: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 10362-2: 1994 *Cigarettes-Determination of water in smoke condensates-Parte 2: Karl Fischer method*

## © 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**

## CIGARRILLOS. DETERMINACION DE AGUA EN CONDENSADOS DE HUMO PARTE 2: METODO DE KARL FISCHER

### 1 Objeto

Esta norma especifica el uso del método de Karl Fischer para la determinación de agua en los condensados de humo de los cigarrillos. El fumado de los cigarrillos y la colección de la corriente principal de humo son normalmente llevados a cabo de acuerdo con la norma ISO 4387. Sin embargo, el método de esta norma es también aplicable a la determinación de agua en los condensados de humo obtenidos por fumadas no normalizadas.

**NOTA 1:** La norma ISO 4387 especifica el uso de la cromatografía gaseosa para la determinación de agua en las soluciones de condensado de humo (NC-ISO 10362-1). De no existir las condiciones para la aplicación del método por cromatografía gaseosa, la determinación de agua en el condensado de humo puede realizarse por el método descrito en esta norma con la adición de una nota en la expresión de los resultados.

### 2 Referencias Normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en el texto, constituyen disposiciones de esta Norma Cubana. Las ediciones indicadas estaban 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 ellas que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee la información de las Normas Cubanas e Internacionales vigentes en todo momento.

ISO 3308:1991 *Routine analytical cigarette — Smoking machine — Definitions and standard conditions*

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

NC-ISO 10362-1:2001, Cigarrillos — Determinación de agua en condensados de humo — Parte 1: Método por cromatografía gaseosa

### 3 Principio

Se basa en la disolución del condensado de humo de la corriente principal del humo en un solvente. La determinación del contenido de agua en una alícuota de la solución por valoración con reactivo Karl Fischer normalizado.

### 4 Reactivos químicos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido y agua destilada o agua al menos de pureza equivalente.

**4.1 Propan-2-ol (Isopropanol, 2-Propanol),**  $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$ , solvente de extracción.

**NOTA 2:** El propan-2-ol normalmente contiene una pequeña cantidad de agua la cual es determinada como un blanco en el procedimiento. No es recomendable usar solvente seco especialmente (por ejemplo usando un tamiz molecular) porque en este estado es extremadamente higroscópico y puede introducir más tarde problemas de manipulación.

#### 4.2 Reactivo de Karl Fischer (RKF)

El reactivo de Karl Fischer puede ser obtenido comercialmente en dos formas:

- a) Como un reactivo único con un equivalente de agua inicial de aproximadamente 5 mg/ml; este valor decrece en el almacenamiento.
- b) Como dos reactivos separados (Solución de Karl Fischer A: metanol, piridina, dióxido de azufre; Solución de Karl Fischer B: metanol, yodo) las cuales, cuando son mezcladas a volúmenes iguales, dan un reactivo con un equivalente de agua de aproximadamente 3 mg/ml.

El reactivo es más recomendado en su forma no mezclada por ser más estable, especialmente si es guardada en el refrigerador. Su equivalente de agua es más apropiado para este análisis. Hay un límite, sin embargo, en el tiempo en que el reactivo puede ser almacenado, aun en el refrigerador y los reemplazos regulares son necesarios.

Los reactivos que no contienen piridina son preferibles si están disponibles. Si esto no es posible, tomar especial cuidado durante la manipulación. Leer también la PRECAUCIÓN relacionada con los desechos dispuesta en 6.3.1.

**4.3 Metanol**,  $\text{CH}_3\text{OH}$ , con un contenido de agua de menos de 0.05g por 100g.

**4.4 Silica gel**, recientemente activada.

### 5 Aparatos

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

**5.1 Aparato de Karl Fischer**, preferiblemente del tipo automático o semiautomático, preparado de acuerdo a las instrucciones del fabricante para valoración directa.

**5.2 Sistema de dispensación de solvente.**

Un tipo de contenedor adecuado es un frasco aspirador de 5 litros con una trampa de humedad de silica gel en el cuello y con la parte inferior conectada a una pipeta automática de 25 ml de doble acción o una pipeta accionada automáticamente. La silica gel tiene un efecto secante en la superficie del solvente lo que causa que el contenido de agua varíe durante el uso. Para evitar eso, agite el solvente continuamente durante su uso colocando el dispensador en un agitador magnético.

**5.3 Jeringuilla**, de 20  $\mu\text{l}$  de capacidad.

**5.4 Jeringuilla** de 10 ml de capacidad unida a una aguja de hueco ancho, o **pipeta** de 10 ml de capacidad.

**5.5 Estufa de aire caliente**, capaz de mantener una temperatura de  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

**5.6 Agitador de frascos**, de acción horizontal.

## **6 Procedimiento.**

Debe ser tomado mucho cuidado durante todas las operaciones para evitar la contaminación con la humedad atmosférica.

Toda la cristalería usada en la preparación de la porción de ensayo y en la determinación de agua debe ser calentada a  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  por lo menos 1 hora después que el agua visible se ha evaporado y enfriada y guardada en una desecadora de sílica gel hasta su uso.

### **6.1 Porción de ensayo.**

El siguiente procedimiento debe ser usado cuando los cigarrillos son fumados de acuerdo con ISO 4387. Cuando ha sido usado un método no normalizado para la fumada o la colección del condensado de humo, el procedimiento descrito debajo debe ser modificado para brindar una adecuada solución de condensado de humo. En ese caso, una nota del procedimiento alternativo debe ser incluida con los resultados del análisis.

Colectar el condensado de humo de los cigarrillos de acuerdo con ISO 4387 en una máquina de fumar cigarrillos analítica de rutina, que cumpla con los requerimientos de ISO 3308.

Usando guantes, remover los aditamentos de sellaje de la trampa de humo, abrir y remover el disco de filtro con unas pinzas. Colocar el filtro en un erlenmeyer seco (de 150ml como máximo para discos de 44mm; de 250ml como máximo para los discos de 92mm).

Limpiar la superficie interior del frente del soporte del filtro con dos cuartos separados de un disco de filtro acondicionado sin usar y añadirlos al frasco.

Correr una apropiada cantidad de solvente de extracción (4.1) en el frasco. El disco debe ser cubierto con solvente. En el caso de un filtro de fibra de cristal de 44mm, son necesarios 25ml. En el caso de un filtro de fibra de cristal de 92mm, son necesarios 50ml.

Tapar el frasco inmediatamente y agitar suavemente en un agitador eléctrico de frascos (5.6) por al menos 20 minutos, asegurando que el disco no se desintegre. Esto proporciona la solución de condensado de humo.

### **6.2 Ensayo en blanco**

Debido a la absorción de agua por las trampas de humo y el solvente determinar un valor para la muestra en blanco. Preparar muestras en blanco tratando trampas de humo adicionales (al menos 2 por 100 cigarrillos fumados) de la misma manera que las usadas para la colección del humo. Co-

locarlas cerca de la máquina de fumar durante la fumada y extraerlas y analizarlas junto con las muestras de humo.

### 6.3 Normalización del reactivo de Karl Fischer

#### 6.3.1 Procedimiento de normalización

Añadir suficiente metanol (4.3) al vaso de valoración de Karl Fischer (5.1) hasta sumergir las puntas de los electrodos. Valorar cualquier solución residual (ver nota 3) en el vaso de valoración a su punto final por adición de reactivo Karl Fischer (RKF).

Usando una jeringuilla de 20  $\mu\text{l}$  (5.3), añadir 20  $\mu\text{l}$  ( $V_w$ ) de agua al vaso de valoración. Para asegurar que la jeringuilla no contenga burbujas de aire llenar por encima de la marca de 20  $\mu\text{l}$ , invertir y golpee ligeramente para llevar las burbujas de aire a la parte superior. Entonces presionar el émbolo hasta la marca de 20 $\mu\text{l}$  y remover el exceso de agua rápidamente de la punta de la aguja con un papel suave.

Como una alternativa, llenar la jeringuilla con 20 $\mu\text{l}$  de agua y pesar la jeringuilla. Después de la administración pesar la jeringuilla de nuevo y anotar la masa exacta de agua.

Transferir el volumen ( $V_w$ ) de agua al vaso de valoración teniendo cuidado de inyectar el agua directamente en la solución, no permitiendo que caiga en el cuello o las paredes del vaso. Donde el vaso pueda ser equipado con una tapa de membrana de goma, esta debe ser usada y la aguja se inserta a través de la tapa. Si una gota de agua se mantiene en la punta de la aguja, remover tocando la superficie de la solución en el vaso.

Valorar con RKF (4.2) y apuntar el valor de la valoración.

Repetir el proceso y de nuevo apuntar el valor de la valoración. Repetir una tercera vez. Calcular el volumen de valoración medio ( $V_t$ ).

Valorar el RKF cada día de trabajo.

Para lograr los mejores resultados con la técnica de Karl Fischer, es importante asegurar que todos las etapas del análisis son llevadas a cabo de una manera uniforme, extracto a extracto, muestra a muestra, día a día.

**NOTA 3:** Es práctica común con la técnica de valoración directa llevar a cabo una valoración "por encima" de la solución residual en el vaso de valoración, por ejemplo sin remover la solución residual. Cuando el volumen del vaso alcance cierto nivel, el líquido es corrido a los desechos, reteniendo justamente lo necesario para que las puntas de los electrodos estén sumergidas. A veces, sin embargo, la concentración de metanol en el vaso cae a un nivel que la reacción no puede proceder satisfactoriamente. Puede formarse un precipitado y obtenerse una falsa valoración. Solo la experiencia dirá cuando la solución residual de la valoración "por encima" ha alcanzado este punto y entonces el vaso de valoración tiene que ser completamente vaciado de residuos, lavado y recargado con metanol.



**PRECAUCIÓN:** Los desperdicios del vaso de valoración deben ser corridos en un envase el cual será tapado hasta que se hayan preparado las disposiciones de seguridad, preferiblemente a través de una agencia de recogida de residuos o de acuerdo con las regulaciones nacionales.

### 6.3.2 Cálculo del equivalente de agua

El equivalente de agua,  $E$ , del reactivo de Karl Fischer, expresado en miligramos de agua por mililitro, está dado por la ecuación

$$E = \frac{m_w}{V_t}$$

donde

$m_w$  es la masa, en miligramos, del volumen de agua ( $V_w$ ) usado para la normalización del reactivo de Karl Fischer;

$V_t$  es el volumen medio, en mililitros, del reactivo Karl Fischer usado para la valoración del agua.

### 6.4 Determinación

Añadir al vaso de valoración 10 ml del extracto de propan-2-ol proveniente del blanco, preferiblemente usando una jeringuilla con aguja de hueco grande (5.4) para permitir una rápida transferencia. Valorar con RKF y anotar el volumen de la valoración.

Repetir y de nuevo anotar el volumen de la valoración. Determinar el volumen de valoración medio para el blanco,  $V_B$ . Repetir la determinación por duplicado para todas las muestras en blanco.

Añadir 10ml de la solución de condensado de humo al vaso de valoración. Usar un volumen mínimo de solución para lavar la jeringuilla o la pipeta porque el resto del extracto puede ser necesitado para la determinación de nicotina. Valorar con RKF y anotar el volumen de valoración de la muestra,  $V_s$ .

Dependiendo del uso que se haga de la solución resultante es posible repetir la determinación. Sin embargo, cuando este método es utilizado para determinar el contenido de agua, la solución remanente es frecuentemente usada para determinar nicotina por destilación con vapor. Esto no permite solución suficiente para duplicar la determinación de agua.

## 7 Expresión de los resultados

El contenido de agua  $W$ , del condensado de humo para cada trampa, expresado en miligramos por cigarrillo, está dado por la ecuación

$$W = \frac{(V_s - V_B) E \cdot V_k}{q \cdot V_a}$$

Donde

$V_s$  es el volumen, en mililitros, del reactivo Karl Fischer usado para la valoración de la solución de condensado de humo;

$V_B$  es el volumen medio, en mililitros, del reactivo Karl Fischer usado para la valoración del blanco;

$E$  es el equivalente de agua, en miligramos de agua por mililitro, del reactivo de Karl Fischer;

$q$  es el número de cigarrillos fumados en la trampa de humo;

$V_k$  es el volumen, en mililitros, del solvente usado para disolver el condensado de humo;

$V_a$  es el volumen, en mililitros, de la solución de condensado de humo para la valoración.

Expresar los resultados del análisis como sigue

- A) contenido de agua, expresado en miligramos por cigarrillo fumado, con una aproximación de 0.01mg para cada corrida de fumada individual;
- B) Contenido medio de agua, expresado en miligramos por cigarrillo fumado, con una aproximación de 0.1mg para el análisis total de la muestra.

## 8 Informe de ensayo

El informe 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) Debe también brindar todos detalles necesarios para la identificación de los cigarrillos fumados.