

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA SEDE VIÑA DEL MAR
JOSÉ MIGUEL CARRERA

ANÁLISIS DE NICOTINA A DISTINTAS MARCAS DE CIGARRILLOS

Trabajo de Titulación para
optar al Título de
Técnico Universitario en
QUÍMICA, MENCIÓN
QUÍMICA ANALÍTICA

Alumno:

Melissa Belén Morales
Palacios

Profesor Guía:

Miguel Zazopulos Garay

2019

RESUMEN

PALABRAS CLAVES: NICOTINA-TABACO-CIGARRILLO-EXTRACCIÓN

El principal objetivo de este trabajo es extraer y determinar la cantidad de nicotina que se encuentra en distintas marcas de cigarrillos comerciales; para esto se utiliza *Pall Mall azul*, *Pall Mall click*, *Lucky Stricke*, *Kent*, *Jaisalmer*, *Tabaca* y *Carnival*.

Para llevar a cabo la parte experimental de este trabajo primero se deben pesar cinco gramos de tabaco molido, agregar Hidróxido de Sodio y macerar por un tiempo determinado. Posteriormente se realiza la primera extracción sólido-líquido utilizando Diclorometano como solvente, y dejando reposar por 24 horas.

A la fase extraída se le agrega Sulfato de Sodio para eliminar el agua, se concentra en rotavapor, y además se le realiza una purificación utilizando ácido Clorhídrico. Después de agregar dicho ácido se agrega Hidróxido de Amonio y se vuelve a extraer la Nicotina con Diclorometano, se concentra en rotavapor y finalmente se lee en el equipo de cromatografía de gases.

Por otra parte, se prepara una solución de referencia utilizando gotas de Nicotina pura y etanol absoluto.

Finalmente, después de leer en el equipo se obtienen los siguientes resultados; para *Pall Mall* 0,03 ppm; *Pall Mall click* 0,01 ppm; *Lucky Stricke* 0,03 ppm; *Kent* 0,03 ppm; *Jaisalmer* 0,00 ppm; *Carnival* 0,10 ppm y *Tabaca* 0,01 ppm; los cuales son muy distintos a la información que indica la cajetilla.

Al analizar los siete cigarros con similar cantidad de Nicotina, se obtiene que los resultados no son los esperados; ya que todos se encuentran bajo 0,5 ppm de Nicotina, siendo este el promedio obtenido por la información en las cajetillas.

La causa más probable es que se realiza una mala extracción, haciendo que no se liberara completamente el analito de las hojas de tabaco. Además la muestra estaba guardada en refrigerador por más de dos meses antes de leer en el equipo, por lo que es probable que parte del analito se haya evaporado.

ÍNDICE

RESUMEN

SIGLAS Y SIMBOLOGÍA

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES GENERALES

1.1 TABACO:

1.1.1 Nicotiana Tabacum

1.2 CIGARRILLO

**1.3 PRINCIPALES COMPONENTES DEL CIGARRO Y SUS EFECTOS
EN LA SALUD**

1.4 NICOTINA:

1.4.1 Propiedades y estructura de la nicotina

1.4.2 Efectos de la nicotina en el cuerpo

1.5 CROMATOLOGRAFÍA DE GASES:

1.5.1 Descripción del equipo

A. Fase móvil

B. Sistema de inyección

C. Horno de la columna

D. Fase estacionaria

E. Columna cromatografía

F. Detector

CAPITULO 2: PARTE EXPERIMENTAL

2.1 METODOLOGÍA

2.1.1 Fundamento teórico

2.1.2 Marcas para analizar

2.1.3 Equipos

2.1.4 Materiales

2.1.5 Reactivos

2.1.6 Soluciones

2.2 PROCEDIMIENTO

2.3 EXPRESIÓN DE RESULTADO

2.4 CÁLCULOS Y RESULTADOS

2.5 DISCUSIÓN

CONCLUSIÓN Y RECOMENDACIÓN

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE FIGURAS

- Figura 1-1: Nicotiana Tabacum
- Figura 1-2: Cigarrillo con algunos componentes
- Figura 1-3: Estructura de la Nicotina
- Figura 1-4: Cromatógrafo de gases

ÍNDICE DE TABLAS

- Tabla 1-1: Componentes del cigarro y sus efectos
- Tabla 2-1: Condiciones cromatográficas
- Tabla 2-2: Áreas obtenidas por el equipo
- Tabla 2-3: Gramos utilizados de cada muestra
- Tabla 2-4: Información de componentes por cajetilla
- Tabla 2-5: Volumen de muestra
- Tabla 2-6: Resultados

SIGLAS Y SIMBOLOGÍA

SIGLAS

FID	Detector de ionización de llama
TCD	Detector de conductividad térmica
ECD	Detector de captura electrónica

SIMBOLOGÍA

Mg	miligramos
%	porcentaje
uL	microlitro
mL	mililitro

mm	milímetro
m	metro
°C	grados Celsius
p.a	para análisis
cm	centímetros
seg	segundos
g	gramos
L	litros
Ppm	partes por millón
C	concentración
Fr	factor de respuesta

INTRODUCCIÓN

El tabaco es una planta que pertenece al género *Nicotiana* que puede ser fumada, masticada o inhalada. Esta planta tiene grandes hojas y hermosas flores, además de una gran altura, igual o mayor que la de una persona adulta. Existe una gran diversidad de variedades del género, pero las dos más importantes son la *Nicotiana Tabacum*, de la que se extrae el tabaco comercial y la *Nicotiana Rústica*, que no se utiliza tanto por su sabor menos agradable.

Los cigarrillos se componen de hojas secas de tabaco envuelto por una hoja delgada de papel en forma de cilindro. Comúnmente presenta integrado un filtro para reducir los daños a la salud; y constituye a los principales causantes de cáncer a los pulmones debido a su poder de adicción que tiene sobre las personas; adicción que es provocada principalmente por la Nicotina siendo esta un alcaloide presente en el tabaco contenido dentro del cigarro.

Al fumar el cigarrillo; la Nicotina llega al cerebro en solo 7 segundos donde el cuerpo experimenta un cambio, aumentando el ritmo respiratorio y cardíaco además de contraer los vasos sanguíneos. Al apagar el cigarro es cuando mayor índice de Nicotina hay; después de media hora los niveles han bajado; este proceso de subidas y bajadas provoca los síntomas de adicción como también produce estrés y ansiedad. Debido a que es un estimulante que funciona distribuyendo dopamina (Sustancia química cerebral que produce sensación de placer). Para evitar estos cambios de niveles hay que disminuir el tiempo en que se consume un cigarro.

Este alcaloide se encuentra en mayor concentración en las hojas de la planta y constituye cerca de 5% en peso de esta y el 3% en peso del tabaco seco.

El último informe del Cirujano General de los Estados Unidos realizado en el año 2004 estima que el humo de tabaco contiene unos 7.000 componentes, de los cuales casi 70 son sustancias que producen cáncer, por ejemplo, Arsénico, Benceno, Berilio, Cadmio, Cromo, óxido de Etileno, Níquel y otros que pueden ser tóxicos para el cuerpo humano.

El humo visible representa sólo el 5-8% de lo que se produce al fumar un cigarrillo. El resto está compuesto de gases invisibles, entre los que se incluye el gas Cianhídrico, un gas venenoso que reduce la capacidad del organismo para transportar oxígeno y el Monóxido de Carbono (CO) un gas muy tóxico que constituye del 3 al 6% del humo inhalado.

El CO interfiere en el transporte del oxígeno. Al fumar, todos los órganos reciben menos Oxígeno.

Los filtros, hechos de Acetato de Celulosa, retienen parte del alquitrán y del humo antes de que éstos lleguen a los pulmones del fumador. También enfrían el humo y lo hacen más fácilmente inhalable. Los filtros no son degradables y son la principal causa de basura en el mundo. Un estudio realizado por la Universidad de San Luis muestra que los filtros tienen altas concentraciones de Cadmio, un metal tóxico para la salud.

El objetivo principal de este trabajo de investigación es extraer la Nicotina de distintos cigarrillos de marcas nacionales e internacionales (ilegales en Chile); para ello se realiza una extracción sólido-líquido utilizando Diclorometano como solvente para las distintas muestras, con el fin de posteriormente analizar lo obtenido en un cromatógrafo de gases, y así implementar un procedimiento válido y eficiente para obtener resultados confiables; el análisis anteriormente descrito se desarrolla en el periodo del primer semestre del año 2018 (marzo- junio) y tiene lugar en el laboratorio químico de la Universidad Técnica Federico Santa María, Sede José Miguel Carrera.

Como se explica anteriormente el método consiste en realizar una extracción sólido-líquido utilizando Diclorometano. Para esto primero se debe macerar la muestra con NaOH y luego extraer. Se concentra en rotavapor y se purifica con HCl; se vuelve a concentrar y se lee en el cromatógrafo de gases.

El motivo principal por el cual se realiza esta investigación, es para conocer la cantidad de Nicotina contenida en un cigarro y así hacer una comparación entre las distintas marcas, como también comprobar si la información entregada en la cajetilla es verdadera.

CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES GENERALES

1.1 TABACO:

La planta del tabaco pertenece al género *Nicotiana*, familia botánica de las Solanáceas. Esta planta tiene grandes hojas y hermosas flores, además de una gran altura, igual o mayor que la de una persona adulta.

Esta planta es la única que sintetiza y luego conserva en sus hojas secas un potente alcaloide que recibe el nombre de Nicotina y que da el nombre a su género vegetal.

Existe una gran diversidad de variedades del género *Nicotiana* (más de 60). Las dos más importantes son la *Nicotiana Tabacum*, de la que se extrae el tabaco comercial y la *Nicotiana Rústica*, que no se utiliza tanto por su sabor menos agradable. [1]

1.1.1 *Nicotiana Tabacum*:

Es una herbácea, de una altura de 1,5-2 metros, de cosecha anual, de tallo cilíndrico, con hojas alternas que disminuyen de tamaño desde la base hasta el vértice del tallo. Posee una gran capacidad de adaptación al medio ambiente, lo que hace que pueda cultivarse en casi todos los países del mundo. [2] Ver figura 1-1.



Fuente:<https://www.sarahraven.com/flowers/seeds/annuals/nicotiana_tabacum.htm>

Figura 1-1: *Nicotiana Tabacum*

1.2 CIGARRILLO:

Producto del tabaco en forma de tubo que se fabrica con hojas de tabaco curadas, firmemente enrolladas en una envoltura de hoja de tabaco o una envoltura que contiene tabaco. También puede tener otros ingredientes, como sustancias para añadirle diferentes sabores. Un cigarro se enciende en un extremo y se fuma pero, por lo general, no se inhala hacia los pulmones. Los cigarros contienen Nicotina y muchos productos químicos que causan cáncer y que son perjudiciales tanto para los fumadores como para quienes no fuman. Como se muestra en la figura 1-2 el cigarrillo contiene distintos componentes

daños para la salud. Fumar cigarros puede producir adicción a la Nicotina y causar cáncer de boca, laringe, esófago, pulmón y páncreas. Fumar muchos cigarros también puede aumentar el riesgo de cardiopatías y enfermedades pulmonares, como el enfisema y la bronquitis crónica. [3]



Fuente:< http://humo-mortal-cc.blogspot.com/2013/02/5_28.html>

Figura 1-2: Cigarrillo con algunos componentes

1.3 PRINCIPALES COMPONENTES DEL CIGARRO Y SUS EFECTOS EN LA SALUD

En la siguiente tabla se muestran algunos de los componentes de un cigarrillo y sus efectos en la salud. Como se observa en la tabla 1-1.

Tabla 1-1: Componentes del cigarro y sus efectos

Nicotina	Produce adicción.
Alquitrán	Se acumula en los pulmones y atrae sustancias tóxicas; además de producir cáncer.
Amoniaco	Aumenta el efecto de la Nicotina.
Monóxido de carbono	Disminuye Oxígeno en la sangre.
Plomo	Daños en el cerebro, riñones y glóbulos rojos.
Cadmio	Daños en riñones, hígado y cerebro.
Tolueno	Tiene efectos irritantes.

Fuente: Elaboración propia

1.4 NICOTINA:

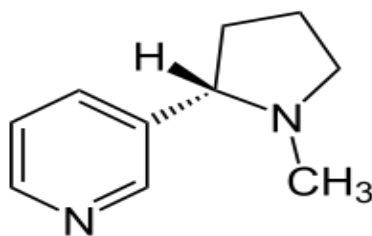
La Nicotina es un compuesto orgánico, un alcaloide encontrado en la planta del tabaco (*Nicotiana Tabacum*), con alta concentración en sus hojas. Es un potente veneno e incluso se usa en múltiples insecticidas (fumigantes para invernaderos). En bajas concentraciones, la sustancia es un estimulante y es uno de los principales factores de adicción al tabaco.

Debe su nombre a Jean Nicot, quien introduce el tabaco en Francia en 1560. Se sintetiza en las zonas de mayor actividad de las raíces de las plantas del tabaco, transportada por la savia a las hojas verdes. El depósito se realiza en forma de sales de ácidos orgánicos. Es soluble en agua y polar. [4]

1.4.1 Propiedades y estructura de la Nicotina:

Formada por una Piridina y un Pirrol. Existe en dos formas de isómero; L-Nicotina, siendo la forma activa dentro del tabaco, es incoloro y se oscurece en presencia de Oxígeno, formando Oxopiridinas y Oxobenzinas adquiriendo el olor del tabaco a la exposición al aire. [4] Ver figura 1-3.

- Nombre químico: (S)-3-(1-metilpirrolidin-2-il)
- Fórmula química: $C_{10}H_{14}N_2$
- Masa molecular: 162,23 g/mol
- Densidad: 1,01 g/ml
- Punto de fusión: -7,9 °C
- Punto de ebullición: 247°C



Fuente: <https://www.researchgate.net/figure/Figura-1-Estructura-quimica-de-la-nicotina-un-alcaloide_fig5_317332998>

Figura 1-3: Estructura de la Nicotina

1.4.2 Efectos de la Nicotina en el cuerpo:

- Disminuir el apetito; el temor a aumentar de peso hace que muchas personas no quieran dejar de fumar.
- Estimular el estado anímico, dar a las personas una sensación de bienestar y quizás incluso aliviar la depresión menor.
- Incrementar la actividad en el intestino.
- Crear más saliva y flema.
- Incrementar la frecuencia cardíaca alrededor de 10 a 20 latidos por minuto.
- Incrementar la presión arterial.
- Posiblemente causar sudoración, náuseas y diarrea.
- Estimular la memoria y la vigilia; las personas que consumen tabaco con frecuencia dependen de este para ayudarlos a cumplir ciertas tareas y desempeñarse bien

1.5 CROMATOGRAFÍA DE GASES

La cromatografía es un método físico de separación en el que los componentes que se han de separar se distribuyen entre dos fases, una de las cuales está en reposo (fase estacionaria, F.E.) mientras que la otra (fase móvil, F.M.) se mueve en una dirección definida. [5]

En la figura 1-4 se observa un cromatógrafo de gases en donde la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil que es un gas inerte, y a diferencia de la mayoría de los tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar el analito a través de la columna. [6]

Los componentes de la mezcla problema son volátiles o semivolátiles y térmicamente estables a temperaturas de hasta 350-400°C. [6]

En la cromatografía ocurren dos fenómenos muy importantes y que son prácticamente los rectores del proceso de separación: *la adsorción y la absorción*.

- La *adsorción* es la retención de una especie química en los sitios activos de la superficie de un sólido, quedando delimitado el fenómeno a la superficie que separa

las fases o superficie interfacial. Esta retención superficial puede ser física o química. Depende de la naturaleza de la sustancia adsorbida, de la temperatura, de la naturaleza y estado de subdivisión del adsorbente, y de la concentración.[7]

- La *absorción* es la retención de una especie química por parte de una masa y depende de la tendencia que tiene ésta a formar mezcla o reaccionar químicamente con la misma.[7]



Fuente: <<http://www.reporteroindustrial.com/producto-descripcion/Cromatografo-de-gas+Showroom123756118473>>

Figura 1-4: Cromatógrafo de gases

1.5.1 Descripción del equipo

A. Fase móvil:

La fase móvil gaseosa debe ser químicamente inerte. El Helio es la fase móvil más común, aunque también se emplea Argón, Nitrógeno e Hidrógeno. Estos gases se suministran en tanques presurizados. Se requieren reguladores de presión, calibradores y medidores de flujo para controlar la velocidad de flujo del gas. [8]

La fase móvil, cuya máxima composición es la del gas acarreador, arrastra la muestra por el interior de la columna cromatográfica. La muestra líquida necesita vaporizarse, y para garantizar esto, sus componentes deben tener presiones de vapor altas. [9]

B. Sistema de inyección:

Para que la columna sea eficiente, es necesario que la muestra sea de un tamaño apropiado para que pueda ser introducida en un "tapón" de vapor, la inyección lenta o las muestras de tamaño excesivo causan un ensanchamiento de la banda y una resolución pobre.

El método más común de inyección de muestra implica el uso de una micro jeringa para inyectar una muestra líquida o gaseosa a través de un diafragma o "septum" de silicona, en una cámara de vaporización instantánea situada en la cabeza de columna (la cámara de muestra normalmente está unos 50°C por encima del punto de ebullición del componente menos volátil de la muestra). El líquido pasa a gas en forma explosiva. [8]

La vaporización e introducción de las muestras en el sistema, debe realizarse cumpliendo una serie de requisitos:

1. La vaporización de la muestra debe ser lo más rápida posible.
2. La vaporización debe realizarse sin discriminar ningún componente de la muestra.
3. La muestra debe llegar a la columna como una banda lo más fina posible. [10]

Inyectores para columnas capilares:

Los sistemas de introducción de muestra utilizados para trabajar con columnas capilares, están basados en los mismos principios de los inyectores utilizados para columnas rellenas, por lo que las consideraciones generales sobre ellos siguen siendo válidas. La diferencia fundamental entre los sistemas que utilizan columnas rellenas y los que utilizan columnas capilares, radica en la cantidad de muestra que se puede inyectar en las últimas, ya que al ser afectadas por los disolventes, los volúmenes de inyección deben ser extremadamente bajos. Dado que no existen jeringas capaces de medir con precisión volúmenes inferiores a 1 [µL], los inyectores utilizados para trabajar con este tipo de columnas, además de vaporizarla y mezclarla con el gas portador, deben ser capaces de introducir en la columna solo una alícuota de la muestra total inyectada. [10] Para ello existen dos técnicas para la inyección en columnas capilares:

- Inyección modo Split:

El inyector de “Split”, consta básicamente de los mismos elementos que un inyector normal, con la única adición de un sistema de división de flujo a la salida de la cámara de mezcla. Por medio de este tipo de inyector, el flujo de gas portador que pasa a través del inyector se divide en dos; una parte es introducida en la columna y la otra escapa fuera del sistema a través de una válvula de aguja que permite regular la proporción de gas que es introducido en la columna. [10]

- Inyección modo “Splitless”:

Al utilizar esta técnica, la totalidad de la muestra inyectada es dirigida hacia la columna, actuando en este caso el disolvente condensado en la columna a modo de trampa, donde se concentran los componentes a analizar (efecto solvente). Transcurrido un tiempo adecuado, se abre en el inyector una válvula de purga con el fin de barrer a la atmósfera el disolvente vaporizado que pudiera quedar en el inyector, al mismo tiempo, se comienza un programa de calentamiento de la columna para realizar el análisis. [10]

La utilización de esta técnica supone dos importantes ventajas. En primer lugar, dado que no existe división de muestra, permite un aumento notable de la sensibilidad, por lo que es muy adecuada para el análisis de trazas. Por otra parte, la reconcentración de la muestra en la cabeza de la columna origina que las pérdidas de eficacia debidas a una inyección inadecuada sean de mucha menor importancia que en otras técnicas de inyección. [10]

C. Horno de la columna:

El horno de un cromatógrafo de gases tiene como misión el mantener la columna termostatzada a una temperatura fijada con gran precisión (dentro de unos límites de ± 1 °C); por otro lado, es necesario que el control de termostatzación del horno permita incrementar la temperatura de este a una velocidad prefijada y constante (para trabajar con técnicas de temperatura programada). [10]

Evidentemente, el primer requisito es fácil de cumplir, pero cuando se requiere trabajar con temperatura programada, el horno debe cumplir una serie de requisitos tales como tener escasa inercia térmica (particularmente si es necesario realizar rampas de temperatura muy rápidas) y poseer un sistema de control de temperatura muy sofisticado que incluya la posibilidad de programar las posibles variaciones de temperatura del horno, así como los tiempos a los que han de realizarse. [10]

D. Fase estacionaria

La fase estacionaria es la encargada de separar los componentes de la muestra. Esta puede ser un sólido o un líquido, dispuestos sobre un sólido que actúa como soporte (columna). El sólido de la fase estacionaria puede ser de Aluminio, Sílica gel, Carbón o tierra de diatomeas; y el líquido de la fase estacionaria debe tener una baja viscosidad y una alta y diferencial solubilidad. Cuando la fase estacionaria es un sólido, la interacción que puede tener con la fase móvil se puede clasificar en: Adsorción, intercambio iónico y de filtración sobre geles porosos. Cuando es un líquido, la interacción con la fase móvil recibe el nombre de reparto, esta última es la forma más usual de hacer cromatografía de gases.[10]

E. Columna cromatografía

La columna es el corazón del cromatógrafo de gases. Es necesario siempre tener en cuenta que la columna es el auténtico elemento de separación de los compuestos de la muestra, así, una mala elección de la columna, no permite obtener buenos resultados aunque se disponga del mejor equipo en el resto del cromatógrafo. [10]

Una columna para cromatografía de gases, está formada por un tubo, que puede ser de diversos materiales como vidrio, plástico, dentro del cual se encuentra la fase estacionaria. Esta puede ser un sólido activo, o con mayor frecuencia un líquido depositado sobre las partículas de un sólido portador o sobre las propias paredes del tubo. [10]

Columnas capilares:

Está formada por un tubo normalmente de vidrio o sílice fundida, de un diámetro comprendido entre 0,2 y 0,8 [mm], en cuya pared interna se dispone la fase estacionaria sólida. Los adsorbentes más utilizados en este tipo de columna son el carbón activo, la alúmina y gel de sílice; las columnas que utilizan este tipo de materiales trabajan eficazmente a temperatura ambiente y también se pueden separar muchas más mezclas de gases. [10]

Según sea la forma en que se dispone la fase estacionaria sobre la pared del tubo, se distinguen básicamente dos tipos de columna:

- Columnas WCOT: En este tipo de columna, que son de uso frecuente, la fase estacionaria se encuentra depositada formando una película líquida directamente sobre las paredes del tubo.

- Columnas PLOT: En estas columnas la pared interna del tubo está recubierta por una capa de un soporte adsorbente; si a su vez el soporte está impregnado con una fase estacionaria líquida, la columna es denominada SCOT. [10]

F. Detector:

Una vez que los componentes de la muestra han sido separados por la columna, se hace preciso el disponer a la salida de esta un sistema de detección, capaz de señalar la elución de un componente de la muestra y ofrecer, al mismo tiempo, una señal proporcional a la cantidad de sustancia que pasa a través de él. [10]

Los detectores usados en cromatografía de gases son de tipo diferencial, lo que significa que no ofrecen señal cuando pasa por ellos solamente el gas portador; sin embargo, cuando el gas lleva algún compuesto de la mezcla, la respuesta del detector es directamente proporcional a la concentración del compuesto. [10]

Los parámetros característicos de cada detector son los siguientes:

- Señal del detector
- Sensibilidad
- Linealidad
- Cantidad mínima detectable [10]

Tipos de detectores más utilizados:

Detector de ionización de llama (FID):

Es el detector más popular en cromatografía de gases. En él la respuesta se produce como resultado de la combustión de los compuestos orgánicos en una pequeña llama de aire-Hidrógeno, con desprendimiento de iones y electrones. Se aplica una diferencia de potencial entre el extremo del quemador y el cátodo colector se genera una corriente eléctrica que, amplificada, constituye la señal analítica. Ésta será proporcional al número de átomos de Carbono por unidad de tiempo. La fase móvil que se emplea con este detector es el Nitrógeno, ya que es el que proporciona mejor límite de detección. [11]

Detector de conductividad térmica (TCD):

Consiste en un dispositivo denominado catatómetro, cuyo funcionamiento se basa en los cambios en la conductividad térmica de gas ocasionados por la presencia de moléculas de analito. Posee un sensor formado por un filamento de Plata u Oro calentado eléctricamente, cuya temperatura y, por lo tanto, su resistencia eléctrica, dependen de la conductividad térmica del gas que lo rodea. Los gases portadores más adecuados son el Hidrógeno o el Helio, pues su conductividad térmica es mayor (los analitos al mezclarse con estos gases disminuyen su conductividad térmica). [11]

Detector de captura electrónica (ECD):

Es uno de los detectores más empleados en análisis medioambiental, debido a su selectividad para detectar compuestos que contienen halógenos (como los pesticidas). En él, el gas que abandona la columna atraviesa un emisor de electrones (Ni-63), los cuales provocan su ionización. Al aplicar una diferencia de potencial se crea una corriente eléctrica que constituye la señal. En presencia de compuestos orgánicos la corriente disminuye por su tendencia a captar electrones. Se emplea Nitrógeno o Argón como gas portador, con un 5%.

CAPÍTULO 2: PARTE EXPERIMENTAL

2.1 METODOLOGÍA

2.1.1 Fundamento teórico

Se realiza una extracción sólido-líquido de Nicotina a distintas muestras de cigarrillos comerciales, utilizando Diclorometano como solución extractora. Para esto primero se deben pesar 5 gramos de tabaco molido de las distintas marcas y macerar con NaOH; liberando la nicotina e insolubilizándola al agua; luego se extrae con dicho disolvente haciendo que la nicotina quede en fase orgánica y así se concentra en rotavapor.

Posteriormente se realiza una purificación agregando HCl, quedando así la nicotina en fase acuosa y botando los residuos orgánicos. Por último se vuelve a extraer con Diclorometano y se agrega NH_4OH para volver a insolubilizar al agua dicho analito, pero dejándolo en fase orgánica completamente pura, se concentra en rotavapor, y se lee en el cromatógrafo de gases. El método es sugerido por Official Methods of Analysis (AOAC).

2.1.2 Marcas de cigarros a analizar

1. Lucky Stricke
2. Pall Mall click
3. Kent
4. Pall Mall azul
5. Carnival
6. Tabaca
7. Jaisalmer

2.1.3 Equipos

1. Cromatógrafo de gases; Agilent Technologies 7890A
2. Rotavapor; BÜCHI R-114; BÜCHI Watherbath B-480
3. Balanza analítica Sartorius TE214S

2.1.4 Materiales

Material de laboratorio

2.1.5 Reactivos

1. Diclorometano grado p.a PM= 84.93 [g/mol]
2. Sulfato de Sodio Anhidro grado p.a PM= 142.04 [g/mol]
3. Hidróxido de Amonio grado p.a PM= 35.05 [g/mol]
4. Etanol grado p.a PM =46.07 [g/mol]
5. Nicotina para síntesis PM=162.23 [g/mol]

2.1.6 Soluciones

1. Hidróxido de Sodio 5%
2. Ácido Clorhídrico 2%
3. Patrón Nicotina [0.0641g/100 ml]

2.2 PROCEDIMIENTO

1. Se pesan 5 gramos de tabaco.
- Al tabaco molido se le agregan 40 [ml] de Hidróxido de Sodio 5% por una hora a temperatura ambiente.
2. Se extrae la mezcla con 20 [ml] de Diclorometano en un embudo de decantación, esto se hace 3 veces.
3. Se reúnen las fases de Diclorometano obtenidas y se secan con Sulfato de Sodio anhidro.
4. Se filtra y se concentra con Rotavapor
5. Se purifica la Nicotina. El extracto obtenido se re disuelve en 20 [ml] de Diclorometano y se le agrega ácido Clorhídrico 2%.
6. A la fase acuosa se agrega Hidróxido de Amonio hasta pH 9 y se extrae nuevamente con Diclorometano.
7. La fase orgánica se seca y se concentra.
8. La solución patrón se prepara pesando dos gotas de Nicotina líquida, y se afora a 100 [ml].
9. Finalmente se inyecta al cromatógrafo una vez revisado que este tenga las condiciones necesarias para el análisis de nicotina.

Condiciones cromatográficas

2.4 CALCULOS Y RESULTADOS

Tabla 2-2: Áreas obtenidas por el equipo

MUESTRA	AREA
Solución Patrón	104,0797
Pall Mall azul	5,0104
Pall Mall click	1,1510
Lucky Stricke	3,7658
Kent	8,9245
Jaisalmer	0,8300
Carnival	12,4325
Tabaca	0,2415

Fuente: Elaboración propia

Tabla 2-3: Gramos utilizados de cada muestra

Solución Patrón	0,0641 [g]
Pall Mall azul	5,010 [g]
Pall Mall click	5,004 [g]
Lucky Stricke	5,025 [g]
Kent	5,003 [g]
Jaisalmer	5,021 [g]
Carnival	5,040 [g]
Tabaca	5,024 [g]

Fuente: Elaboración propia

Tabla 2-4: Información de componentes por cajetilla

Pall Mall azul	7 [mg] Alquitrán; 0,5 [mg] Nicotina; 8[mg] Dióxido de Carbono.
Pall Mall click	8 [mg] Alquitrán; 0,6 [mg] Nicotina; 9[mg] Dióxido de Carbono.
Lucky Stricke	7 [mg] Alquitrán; 0,5 [mg] Nicotina; 6[mg] Dióxido de Carbono.
Kent	4 [mg] Alquitrán; 0,4 [mg] Nicotina; 5[mg] Dióxido de Carbono.
Jaisalmer	No especifica
Carnival	No especifica
Tabaca	No especifica

Fuente: Elaboración propia

Tabla 2-5: Volumen de muestra

Pall Mall azul	6,4 [ml]
Pall Mall click	8,8 [ml]
Lucky Stricke	9,0 [ml]
Kent	4,2 [ml]
Jaisalmer	6,2 [ml]
Carnival	7,6 [ml]
Tabaca	7,9 [ml]

Fuente: Elaboración propia

Cálculos de los Ppm (mg/L) por cada cigarro.

Donde:

Fr= Factor de respuesta. Utilizado para poder calcular la cantidad de Nicotina de cada muestra.

C= Ppm de Nicotina presentes en 1 cigarro.

2.4.1 Solución Patrón (solución de referencia)

0,0641 [g/100 ml]

64.1 [mg/100 ml]

C= 640 Ppm $\longrightarrow$ Concentración de Nicotina en solución de referencia

104,0797= Fr * 640

Fr= 0,1626

2.4.2 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Pall man azul:

5,0104=0,1626*C

C=30,8143 Ppm $\longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

30,8143*0,0064 [L]=0,1972 [mg] $\longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

0,1972 [mg].....5, 010 [g]

C 0, 6262 [g]

C =0,0246 = 0,03 Ppm $\longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.3 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Pall man click:

$$1,1510 = 0,1626 * C$$

$C = 7,0787 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

$7,0787 * 0,0088 \text{ [L]} = 0,0623 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

$$0,0623 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,004 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,6255 \text{ [g]}$$

$C = 0,0078 = 0,01 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.4 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Lucky stricke:

$$3,7658 = 0,1626 * C$$

$C = 23,1599 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

$23,1599 * 0,009 \text{ [L]} = 0,2084 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

$$0,2084 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,025 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,6281 \text{ [g]}$$

$C = 0,0261 = 0,03 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.5 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Kent Belmont:

$$8,9245 = 0,1626 * C$$

$C = 54,8862 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

$54,8862 * 0,0042 \text{ [L]} = 0,2305 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

$$0,2305 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,003 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,6254 \text{ [g]}$$

$C = 0,0288 = 0,03 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.6 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Jaisalmer:

$$0,8300=0,1626 \cdot C$$

$C=5,1045 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en el volumen de inyección.

$5,1045 \cdot 0,0062 \text{ [L]} = 0,0317 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en el volumen de muestra.

$$0,0317 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,021 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,6276 \text{ [g]}$$

$C=0,0040=0,00 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.7 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Carnival:

$$12,4325=0,1626 \cdot C$$

$C=76,4606 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

$76,4606 \cdot 0,0076 \text{ [L]} = 0,5811 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

$$0,5811 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,040 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,6300 \text{ [g]}$$

$C=0,0726=0,1 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

2.4.8 Nicotina presente en un cigarrillo de marca Tabaca:

$$0,2415=0,1626 \cdot C$$

$C=1,4852 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de inyección.

$1,4852 \cdot 0,0079 \text{ [L]} = 0,0118 \text{ [mg]} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en volumen de muestra.

$$0,0117 \text{ [mg]} \dots\dots\dots 5,024 \text{ [g]}$$

$$C \dots\dots\dots 0,7177 \text{ [g]}$$

$C=0,0017=0,01 \text{ Ppm} \longrightarrow$ Concentración de Nicotina en un cigarro.

Tabla 2-6: Resultados

Pall Mall azul	0,03 Ppm
Pall Mall click	0,01 Ppm
Lucky Stricke	0,03 Ppm
Kent	0,03 Ppm
Jaisalmer	< 0,01 Ppm
Carnival	0,10 Ppm
Tabaca	0,01 Ppm

Fuente: Elaboración propia

2.5 DISCUSIÓN

Al realizar la extracción de nicotina con Diclorometano, siendo este el método más recomendado, se obtiene que los resultados no son los esperados, ya que se analizan siete cigarros de distintas marcas con similar cantidad de Nicotina, la que corresponde a aproximadamente 0,5 Ppm y luego del análisis los resultados obtenidos son en promedio 0,03 Ppm por cigarro.

Al realizar la extracción primero se debe macerar la muestra con Hidróxido de Sodio para insolubilizar la Nicotina al agua; se extrae con Diclorometano haciendo que quede en fase orgánica y de esta forma poder concentrar; luego se hace una purificación utilizando ácido Clorhídrico pasando a la Nicotina a fase acuosa botando todos los residuos orgánicos. Finalmente se extrae nuevamente con Diclorometano y se agrega Hidróxido de Amonio para volver a insolubilizarla al agua dejándola en fase orgánica pero ahora ya está pura, se concentra y se lee en el equipo de cromatografía de gases.

Las marcas analizadas fueron *Pall Mall click*, *Pall Mall*, *Lucky Stricke*, *Kent*, *Jaisalmer*, *Tabaca* y *Carnival*; los ppm de Nicotina obtenidos son 0,01 ppm; 0,03 ppm; 0,03 ppm; 0,03 ppm; 0,00 ppm; 0,01 ppm; 0,10 ppm.

Después de realizar la primera extracción, la purificación y la segunda extracción se debe leer en el equipo lo antes posible debido a que este compuesto es muy volátil por lo que se evapora rápidamente bajando su concentración.

Los resultados obtenidos como se indica anteriormente no resultan los esperados, ya que la muestra se guarda en refrigerador aproximadamente dos meses por distintos motivos sin poder ser analizada en el equipo; por lo tanto esta es una causa probable de que los resultados no son los esperados.

Se debe destacar que uno de los motivos por lo que no se puede usar el equipo es que este no se encuentra en las condiciones aptas para ser utilizado, porque no contaba con aire.

Otras de las posibles causas es que el método no sea el adecuado, debido a que es la primera vez que se realiza; por lo tanto no está validado en el equipo, y no se pueden asegurar los resultados.

En la parte práctica también se puede cometer varios errores, dado que el método consiste en una extracción, que al no ser realizada correctamente produzca que la extracción no sea completa; siendo esta la causa principal de que los resultados no son los esperados. Otros factores que pueden influir en la realización del método son las soluciones preparadas por el analista ya que si no son elaboradas de la forma adecuada, no cumplen su función

correctamente, como en el caso del ácido Clorhídrico, al no estar bien preparado no hace que toda la Nicotina quede en la fase acuosa para la purificación. Por lo que también pudo ser una mala práctica del analista.

También se debe señalar que el análisis indica que el cigarro con más nicotina es de la marca comercial Carnival siendo este un producto ilegal en Chile.

CONCLUSIÓN Y RECOMENDACIÓN

A partir de los resultados entregados por el cromatógrafo de gases se obtiene que los resultados no resultan los esperados, y la causa más probable es que se realiza una mala extracción; por lo que se recomienda realizar por segunda vez el procedimiento o que otro analista realice el método para verificar si los resultados obtenidos en el análisis sean o no los correctos.

Se debe destacar que la Nicotina es un compuesto volátil y se puede evaporar rápidamente; por lo tanto, se sugiere analizar en el equipo luego de terminar la extracción.

Además hay que verificar que el equipo se encuentre en las condiciones necesarias para poder ser utilizado y así no tener que dejar la muestra en refrigeración por mucho tiempo, y así evitar que se evapore analito.

Se sugiere revisar otros métodos, las soluciones y reactivos preparados. O también agregar una cantidad de Nicotina conocida a un cigarro para ver si realmente se extrae la cantidad agregada.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] INFODROGAS. Tabaco. [en línea]. <<https://www.infodrogas.org/drogas/tabaco>> [Consulta: 25 de junio 2018]
- [2] SALUDALIA. Composición del tabaco. [en línea]. <<https://www.saludalia.com/taquismo/composicion-del-tabaco>> [Consulta: 25 de junio 2018]
- [3] NIH. Cigarro. [en línea]. <<https://www.cancer.gov/espanol/publicaciones/diccionario/def/cigarro>> [Consulta: 26 de junio 2018]
- [4] BLOG spot química nicotina. Nicotina. [en línea]. <http://quimicanicotina.blogspot.com/2010/11/estructura-y-propiedades-de-la-nicotina_11.html> [Consulta: 26 de junio 2018]
- [5] BIOMODEL. Cromatografía. [en línea]. <<http://biomodel.uah.es/tecnicas/crom/inicio.htm>> [Consulta: 27 de junio 2018]
- [6] LABORATORIO de técnicas instrumentales. Cromatografía. [en línea]. <<http://laboratoriotecnicasinstrumentales.es/analisis-quimicos/cromatografia-de-gases>> [Consulta: 27 de junio 2018]
- [7] RELAQ. Cromatografía de gases. [en línea]. <<http://www.relaq.mx/RLQ/tutoriales/cromatografia/Gas.htm>> [Consulta: 07 de julio 2018]
- [8] U-CURSOS. Cromatografía de gases. [en línea]. <https://www.u-cursos.cl/usuario/.../mi_blog/r/1_Cromatografia_Gaseosa.doc> [Consulta: 07 de julio 2018]
- [9] LIFEDER. Cromatografía de gases. [en línea]. <<https://www.lifeder.com/cromatografia-de-gases/>> [Consulta: 09 de julio 2018]
- [10] MNCN. Cromatografía de gases. [en línea]. <http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf> [Consulta: 12 de julio 2018]
- [11] LIDIA con la química. Detectores en cromatografía líquida. [en línea]. <<https://lidiakonlaquimica.wordpress.com/2015/08/06/tipos-de-detectores-en-la-cromatografia-gas-liquido/>> [Consulta: 13 de julio 2018]

ANEXOS

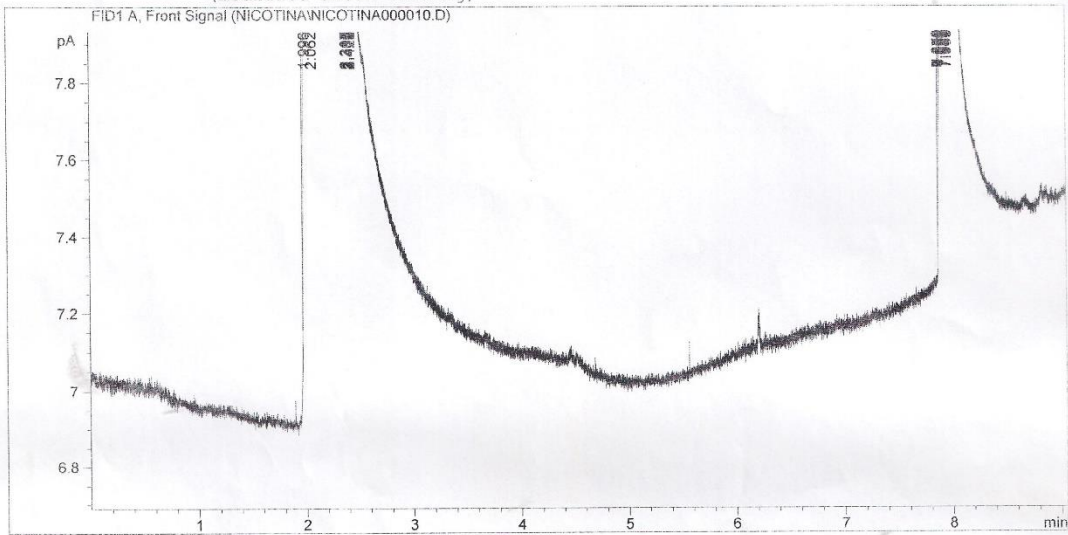
Anexo 1: Cromatograma Solución Patrón

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000010.D
Sample Name: PATRON

=====

Acq. Operator	: Miguel	Location	: -
Acq. Instrument	: Instrument 1	Inj Volume	: Manually
Injection Date	: 27-12-2018 6:33:49		

Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:33:49 by Miguel
(modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:42:53 by Miguel
(modified after loading)



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.996	BB S	0.0248	7.34295e4	4.79433e4	99.84488
2	2.062	BB X	0.0119	9.93862	12.18503	0.01351
3	2.387	BV	7.31e-4	1.03125e-3	2.35229e-2	1.402e-6
4	2.389	VV B	1.12e-3	1.68691e-3	2.39163e-2	2.294e-6
5	2.391	VV B	2.53e-3	6.07493e-3	3.17414e-2	8.260e-6
6	2.396	VV B	4.26e-3	8.08695e-3	3.16280e-2	1.100e-5
7	2.403	VV B	2.72e-3	8.44288e-3	3.91549e-2	1.148e-5
8	2.412	VV F	1.86e-3	5.59587e-3	4.17523e-2	7.609e-6

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000010.D
Sample Name: PATRON

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.418	VV B	2.09e-3	5.01134e-3	3.99671e-2	6.814e-6
10	2.422	VV B	1.23e-3	1.80868e-3	2.45244e-2	2.459e-6
11	7.872	BV	0.0101	43.04472	74.30074	0.05853
12	7.878	VV B	2.50e-3	9.89014	60.75975	0.01345
13	7.879	VV B	1.65e-3	5.46539	55.22703	0.00743
14	7.881	VV B	4.77e-3	14.51357	50.74517	0.01973
15	7.886	VV B	1.85e-3	3.83783	34.54274	0.00522
16	7.888	VV B	1.60e-3	2.77555	28.83224	0.00377
17	7.891	VV B	2.30e-3	3.37225	24.41040	0.00459
18	7.892	VV B	6.13e-3	8.14756	22.13428	0.01108
19	7.900	VV B	1.31e-3	9.87794e-1	12.60124	0.00134
20	7.902	VV B	2.22e-3	1.54933	11.63905	0.00211
21	7.904	VV B	1.31e-3	7.90978e-1	10.09834	0.00108
22	7.905	VV B	1.62e-3	9.03274e-1	9.31205	0.00123
23	7.907	VV B	1.90e-3	9.83697e-1	8.62525	0.00134
24	7.909	VV B	1.31e-3	5.97421e-1	7.62425	0.00081
25	7.910	VV B	1.62e-3	6.89019e-1	7.07390	0.00094
26	7.912	VV B	9.74e-4	3.85650e-1	6.60116	0.00052
27	7.913	VV B	1.93e-3	7.16999e-1	6.18349	0.00097
28	7.915	VV B	4.63e-3	1.57739	5.67524	0.00214
29	7.920	VV B	1.62e-3	4.08478e-1	4.19590	0.00056
30	7.922	VV B	9.76e-4	2.30379e-1	3.93540	0.00031
31	7.923	VV B	2.54e-3	5.65705e-1	3.70758	0.00077
32	7.926	VV B	1.31e-3	2.54868e-1	3.24699	0.00035
33	7.927	VV B	1.30e-3	2.36271e-1	3.02060	0.00032
34	7.928	VV B	6.79e-3	1.14574	2.81166	0.00156
35	7.937	VV B	2.91e-3	3.71520e-1	1.66088	0.00051
36	7.941	VV B	8.03e-3	6.38208e-1	1.32385	0.00087
37	7.955	VB B	1.49e-3	2.31671e-2	2.10178e-1	3.150e-5

human area

Totals : 7.35436e4 4.84162e4

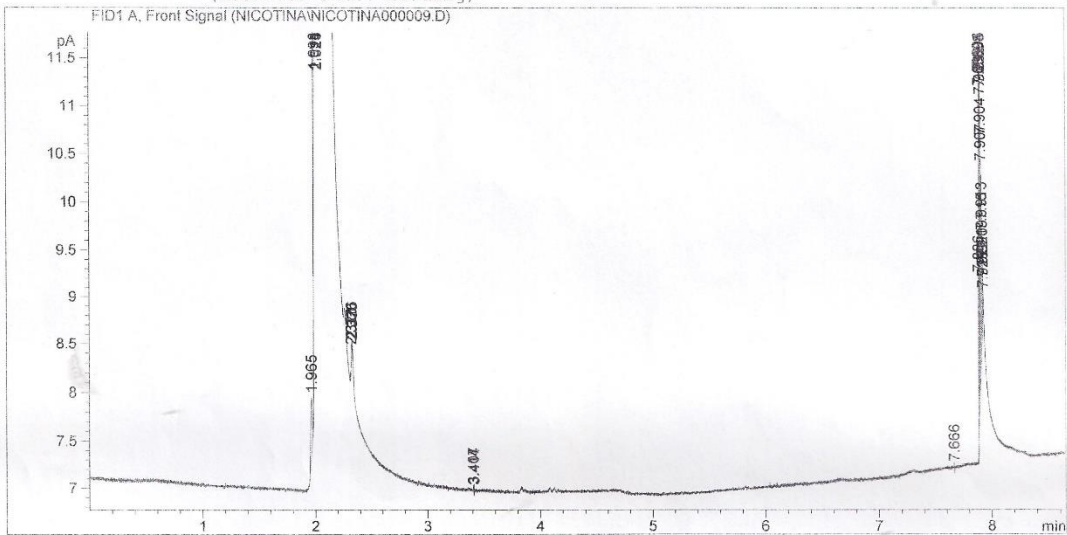
*** End of Report ***

Anexo 2: Cromatograma Pall Mall

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000009.D
Sample Name: Pall Man

=====

Acq. Operator	: Miguel	
Acq. Instrument	: Instrument 1	Location : -
Injection Date	: 27-12-2018 6:23:00	
		Inj Volume : Manually
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M	
Last changed	: 27-12-2018 6:22:59 by Miguel	
	(modified after loading)	
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M	
Last changed	: 27-12-2018 6:31:40 by Miguel	
	(modified after loading)	



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.965	BV	0.0117	5.60577e-1	5.83698e-1	0.64922
2	1.998	VV	0.0158	78.22617	75.92448	90.59582
3	2.018	VV B	1.92e-3	1.30520	8.87335	1.51158
4	2.021	VV B	2.91e-3	8.68445e-1	4.97946	1.00577
5	2.323	BV F	3.84e-3	3.81239e-2	1.65301e-1	0.04415
6	2.326	VV	3.13e-3	4.61594e-2	1.97548e-1	0.05346
7	2.330	VB B	1.51e-3	1.34531e-2	1.29758e-1	0.01558
8	3.407	BV	8.82e-4	1.32571e-3	2.65947e-2	0.00154

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000009.D
Sample Name: Pall Man

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	3.411	VV B	1.30e-3	2.11935e-3	2.70675e-2	0.00245
10	3.414	VV F	1.39e-3	1.85983e-3	2.23268e-2	0.00215
11	7.666	BV	1.29e-3	2.15067e-3	2.54270e-2	0.00249
12	7.886	BV F	4.79e-3	5.51846e-1	1.74531	0.63911
13	7.889	VV F	1.33e-3	2.84935e-1	3.58010	0.32999
14	7.891	VV F	1.66e-3	3.75050e-1	3.75536	0.43436
15	7.894	VV F	2.39e-3	6.82929e-1	3.80637	0.79092
16	7.895	VV B	9.87e-4	2.20189e-1	3.71925	0.25501
17	7.896	VV B	1.32e-3	2.84199e-1	3.59933	0.32914
18	7.898	VV B	1.63e-3	3.38325e-1	3.45610	0.39182
19	7.899	VV B	9.79e-4	1.93094e-1	3.28800	0.22363
20	7.900	VV B	3.39e-3	6.36286e-1	3.12537	0.73690
21	7.904	VV B	2.51e-3	3.88123e-1	2.57970	0.44950
22	7.907	VV B	5.52e-3	7.32980e-1	2.21433	0.84888
23	7.913	VV B	1.59e-3	1.32500e-1	1.38945	0.15345
24	7.915	VV B	2.56e-3	1.89948e-1	1.23554	0.21998
25	7.919	VV B	1.97e-3	9.68416e-2	8.19004e-1	0.11215
26	7.920	VV B	1.80e-3	7.46877e-2	6.90356e-1	0.08650
27	7.922	VV B	2.07e-3	6.09780e-2	4.91689e-1	0.07062
28	7.925	VB B	2.14e-3	3.78429e-2	2.95104e-1	0.04383

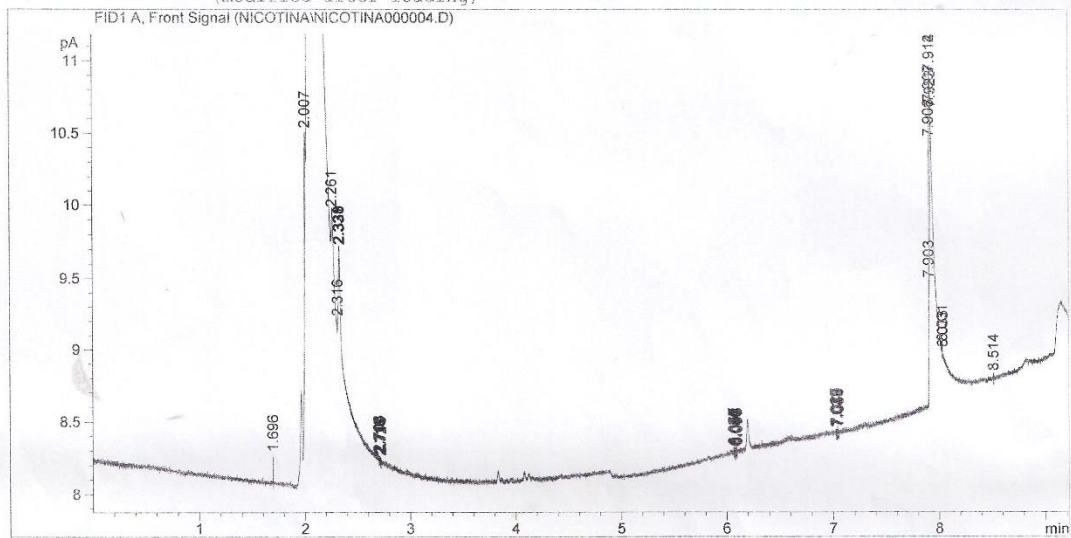
Totals : 86.34634 130.74538

*** End of Report ***

Anexo 3: Cromatograma Pall Mall click

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000004.D
Sample Name: palmann click inferior

=====
Acq. Operator : Miguel
Acq. Instrument : Instrument 1 Location : -
Injection Date : 27-12-2018 12:27:31 Inj Volume : Manually
Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 12:27:29 by Miguel
(modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 12:36:43 by Miguel
(modified after loading)
=====



=====
Area Percent Report
=====

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.696	BB	1.23e-3	1.51209e-2	1.89554e-1	0.78304
2	2.007	BV	6.97e-3	3.97925e-1	7.28405e-1	20.60671
3	2.261	BV F	2.96e-3	4.48806e-2	1.89526e-1	2.32416
4	2.316	BV F	0.0000	2.16706e-2	2.23269e-3	1.12222
5	2.328	VV F	3.84e-3	7.58648e-2	2.57329e-1	3.92869
6	2.330	VV	1.73e-3	2.45727e-2	2.15964e-1	1.27251
7	2.331	VB B	1.63e-3	1.78317e-2	1.69293e-1	0.92342
8	2.703	BV F	1.37e-3	2.47586e-3	2.69804e-2	0.12821

Instrument 1 27-12-2018 12:36:43 Miguel

Page 1 of 2

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000004.D
Sample Name: palmann click inferior

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.707	VV F	2.97e-3	4.87057e-3	2.73698e-2	0.25222
10	2.716	VV F	1.33e-3	1.44876e-3	1.80924e-2	0.07502
11	2.717	VV F	1.02e-3	1.58073e-3	2.58698e-2	0.08186
12	2.719	VV	1.39e-3	3.54167e-3	3.47969e-2	0.18341
13	2.724	VV F	1.93e-3	2.78385e-3	2.40208e-2	0.14416
14	6.067	BV	1.75e-3	3.60019e-3	2.89880e-2	0.18644
15	6.071	VV B	1.93e-3	4.49448e-3	3.21375e-2	0.23275
16	6.074	VV B	1.37e-3	2.67406e-3	3.24144e-2	0.13848
17	6.075	VV B	5.92e-4	1.07841e-3	3.03833e-2	0.05585
18	6.080	VV F	3.03e-3	5.80119e-3	3.18944e-2	0.30042
19	6.083	VV	1.90e-3	4.12041e-3	3.68415e-2	0.21338
20	6.087	VV B	3.78e-3	7.50366e-3	3.26986e-2	0.38858
21	6.090	VV B	1.29e-3	2.01730e-3	2.60913e-2	0.10447
22	6.093	VV F	9.62e-4	1.91701e-3	3.32279e-2	0.09927
23	6.093	VV B	9.75e-4	1.86049e-3	3.17894e-2	0.09635
24	6.097	VV F	1.91e-3	2.97672e-3	2.60332e-2	0.15415
25	7.027	BV F	1.63e-3	3.81595e-3	3.35762e-2	0.19761
26	7.033	VV F	1.82e-3	3.57822e-3	3.27914e-2	0.18530
27	7.037	VV F	1.66e-3	2.68378e-3	2.69694e-2	0.13898
28	7.040	VV F	1.60e-3	3.84112e-3	4.01065e-2	0.19891
29	7.043	VV F	1.41e-3	2.88765e-3	3.33752e-2	0.14954
30	7.046	VV	1.56e-3	3.74263e-3	3.46309e-2	0.19381
31	7.051	VV B	2.25e-3	5.75009e-3	3.62234e-2	0.29777
32	7.903	BV F	2.41e-3	6.64163e-3	4.58881e-1	3.43939
33	7.906	VV F	1.37e-3	1.05517e-1	1.28164	5.46424
34	7.907	VV F	1.34e-3	1.15454e-1	1.43433	5.97883
35	7.912	VV	3.97e-3	4.54534e-1	1.40615	23.53821
36	7.914	VV B	6.33e-3	4.75483e-1	1.25198	24.62306
37	7.923	VB B	1.34e-3	2.73183e-2	3.38832e-1	1.41469
38	8.031	BV	1.06e-3	3.75615e-3	6.12597e-2	0.19451
39	8.033	VB B	8.19e-4	1.11240e-3	2.26416e-2	0.05761
40	8.514	BV	1.26e-3	2.54530e-3	3.36207e-2	0.13181

Totals : 1.93105 8.77894

*** End of Report ***

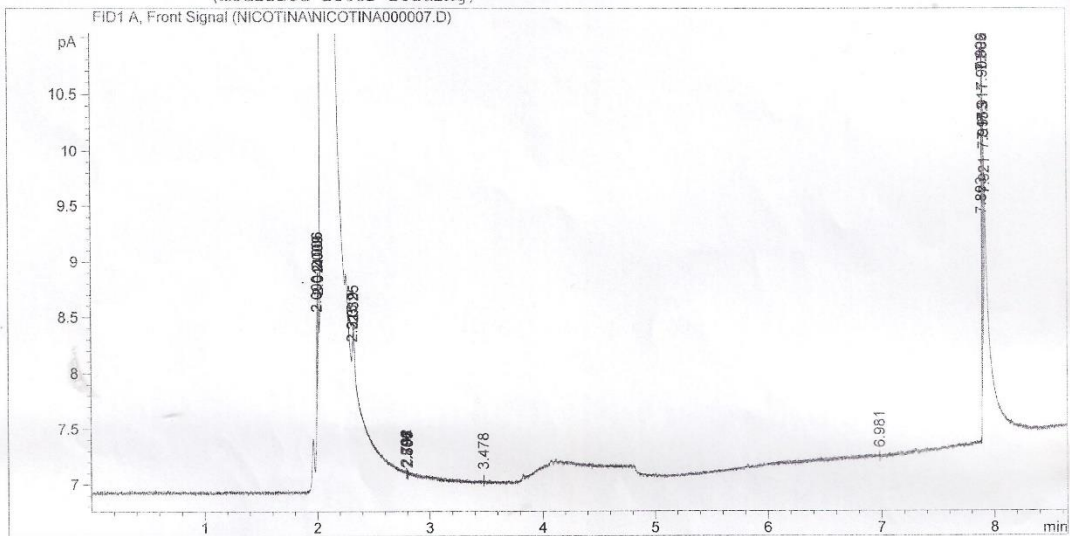
Sumar de áreas

Anexo 4: Cromatograma Lucky Stricke

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000007.D
Sample Name: Lucky

=====
Acq. Operator : Miguel
Acq. Instrument : Instrument 1 Location : -
Injection Date : 27-12-2018 6:00:13 Inj Volume : Manually

Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:00:13 by Miguel
(modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:08:53 by Miguel
(modified after loading)
=====



=====
Area Percent Report
=====

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	2.000	BV F	3.18e-3	1.29892e-1	6.80893e-1	3.14910
2	2.006	VV	5.04e-3	3.45305e-1	8.49355e-1	8.37156
3	2.009	VV B	4.08e-3	1.74324e-1	7.11708e-1	4.22630
4	2.014	VB B	2.14e-3	4.09964e-2	3.19105e-1	0.99391
5	2.315	BV F	2.35e-3	9.62111e-3	6.81492e-2	0.23325
6	2.319	VV F	2.39e-3	2.11927e-2	1.48064e-1	0.51379
7	2.325	VV F	3.70e-3	4.64604e-2	1.59407e-1	1.12638
8	2.792	BV	9.41e-4	1.37054e-3	2.95306e-2	0.03323

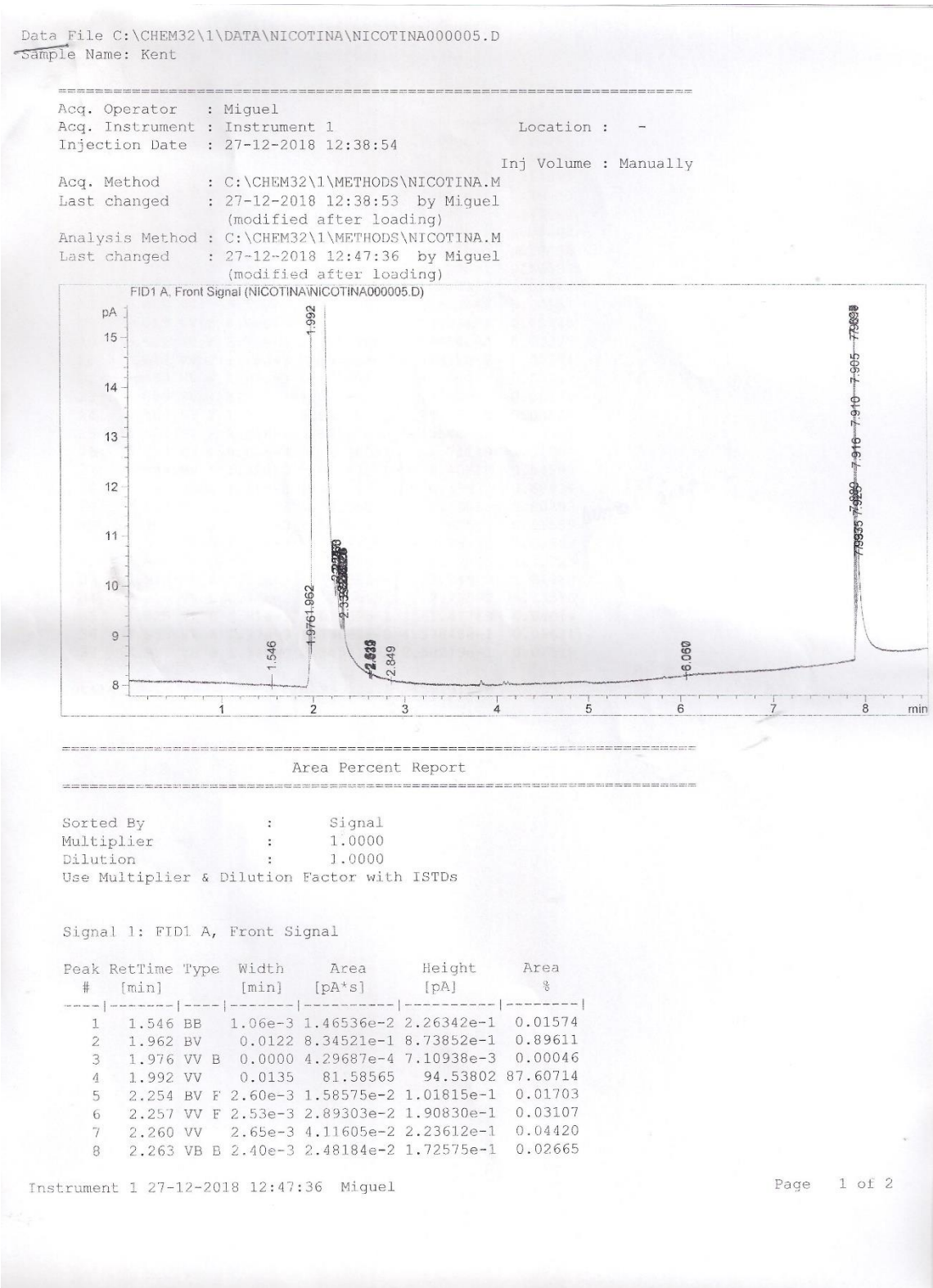
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.793	VV B	8.21e-4	1.09375e-3	2.22135e-2	0.02652
10	2.798	VV B	2.36e-3	4.57292e-3	2.47386e-2	0.11087
11	2.801	VV B	1.41e-3	1.79948e-3	2.12336e-2	0.04363
12	2.805	VV F	1.12e-3	1.24746e-3	1.84869e-2	0.03024
13	3.478	BB	1.58e-3	7.43210e-3	7.84283e-2	0.18018
14	6.981	BV	9.65e-4	2.42785e-3	4.25943e-2	0.05886
15	7.893	BV F	5.49e-3	5.83721e-1	1.66492	14.15170
16	7.898	VV F	2.64e-3	4.39699e-1	2.77539	10.66002
17	7.900	VV	2.02e-3	3.82839e-1	2.75248	9.28153
18	7.902	VV B	1.31e-3	2.10323e-1	2.66730	5.09907
19	7.903	VV B	1.57e-3	2.97758e-1	2.52745	7.21883
20	7.905	VV B	2.23e-3	3.14132e-1	2.34697	7.61579
21	7.907	VV B	3.33e-3	4.13250e-1	2.06775	10.01882
22	7.911	VV B	2.17e-3	2.10867e-1	1.62187	5.11225
23	7.913	VV B	1.59e-3	1.27924e-1	1.34251	3.10138
24	7.915	VV B	4.00e-3	2.85850e-1	1.19240	6.93013
25	7.921	VB B	2.36e-3	7.06419e-2	4.99459e-1	1.71264

Totals : 4.12474 24.63240

Sum of areas.

*** End of Report ***

Anexo 5: Cromatograma Kent



Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000005.D
Sample Name: Kent

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.320	BV F	5.35e-3	2.16808e-1	6.74842e-1	0.23281
10	2.322	VV F	1.66e-3	7.99924e-2	8.05444e-1	0.08590
11	2.324	VV F	2.28e-3	1.26583e-1	9.23704e-1	0.13593
12	2.326	VV F	1.64e-3	9.33370e-2	9.47823e-1	0.10023
13	2.328	VV B	1.96e-3	1.23670e-1	9.24285e-1	0.13280
14	2.330	VV B	1.59e-3	7.91843e-2	8.32258e-1	0.08503
15	2.332	VV B	1.79e-3	7.91148e-2	7.34866e-1	0.08495
16	2.334	VV B	3.71e-3	1.24733e-1	5.60417e-1	0.13394
17	2.339	VB B	1.38e-3	1.31549e-2	1.59310e-1	0.01413
18	2.611	BV	9.59e-4	1.45857e-3	3.04614e-2	0.00157
19	2.613	VV B	4.46e-3	6.96447e-3	2.60123e-2	0.00748
20	2.621	VV F	1.86e-3	3.50949e-3	3.14894e-2	0.00377
21	2.632	VV F	1.48e-3	2.55469e-3	2.76331e-2	0.00274
22	2.639	VV F	2.23e-3	5.11198e-3	3.81348e-2	0.00549
23	2.849	BV	8.51e-4	1.05746e-3	2.23761e-2	0.00114
24	6.060	BV F	1.94e-3	4.69732e-3	3.34760e-2	0.00504
25	6.067	VV F	2.84e-3	5.62748e-3	3.30543e-2	0.00604
26	7.889	BV F	8.65e-3	1.40681	2.71119	1.51064
27	7.894	VV F	1.32e-3	5.08363e-1	6.40518	0.54588
28	7.895	VV F	1.66e-3	6.41994e-1	6.45071	0.68938
29	7.897	VV B	1.96e-3	7.49595e-1	6.36063	0.80492
30	7.899	VV B	1.33e-3	4.81083e-1	6.02501	0.51659
31	7.901	VV B	3.25e-3	1.51483	5.78910	1.62663
32	7.905	VV B	4.58e-3	1.31050	4.77305	1.40723
33	7.910	VV B	4.11e-3	1.25544	3.74913	1.34810
34	7.916	VV B	6.47e-3	1.05591	2.72087	1.13385
35	7.925	VV B	6.81e-3	6.03589e-1	1.47769	0.64814
36	7.935	VV B	1.77e-3	6.15661e-2	4.57845e-1	0.06611
37	7.937	VB B	1.51e-3	2.34541e-2	2.58219e-1	0.02519

Totals : 93.12671 150.31838

*** End of Report ***

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000003.D
Sample Name: Melisa Jaishmer inferior

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.026	VB S	0.0239	4.15730e4	2.15467e4	99.89107
10	2.138	BV F	2.55e-3	2.48914e-1	1.29304	0.00060
11	2.143	VV	3.24e-3	6.56850e-1	2.52374	0.00158
12	2.145	VV B	2.72e-3	5.56522e-1	2.80144	0.00134
13	2.148	VV B	2.12e-3	4.44652e-1	2.84585	0.00107
14	2.150	VV B	1.62e-3	2.57674e-1	2.65428	0.00062
15	2.153	VV B	4.11e-3	7.42189e-1	2.33120	0.00178
16	2.159	VV B	1.49e-3	1.17265e-1	1.06191	0.00028
17	2.160	VV B	1.73e-3	8.17495e-2	7.85735e-1	0.00020
18	2.164	VV B	2.57e-3	4.61201e-2	2.99085e-1	0.00011
19	2.168	VV B	0.0000	1.76849e-2	8.54167e-3	4.249e-5
20	2.175	VV B	0.0000	8.51512e-3	2.34876e-3	2.046e-5
21	2.181	VB B	0.0000	8.68990e-4	9.61038e-3	2.088e-6
22	2.214	BV F	4.91e-3	7.07566e-2	1.79011e-1	0.00017
23	2.311	BV F	0.0000	4.39062e-3	2.04484e-2	1.055e-5
24	2.320	VV F	3.24e-3	7.48300e-2	2.97355e-1	0.00018
25	2.324	VV F	2.64e-3	8.33269e-2	3.98877e-1	0.00020
26	2.326	VV F	1.98e-3	5.23692e-2	3.85535e-1	0.00013
27	2.834	BV	9.55e-4	1.97310e-3	3.44515e-2	4.741e-6
28	2.835	VV B	8.73e-4	1.19459e-3	2.27973e-2	2.870e-6
29	4.342	BB	1.05e-3	5.30139e-3	7.27667e-2	1.274e-5
30	6.087	BV	1.10e-3	1.70638e-3	2.50405e-2	4.100e-6
31	6.091	VV F	1.55e-3	2.92007e-3	3.13783e-2	7.016e-6
32	6.097	VV	3.08e-3	8.42015e-3	3.53984e-2	2.023e-5
33	6.105	VV F	2.50e-3	7.92233e-3	4.20432e-2	1.904e-5
34	6.106	VV B	9.22e-4	1.74715e-3	3.15702e-2	4.198e-6
35	6.109	VV F	1.27e-3	1.81542e-3	2.38264e-2	4.362e-6
36	6.116	VV F	2.61e-3	5.97818e-3	3.02365e-2	1.436e-5
37	6.118	VV F	1.26e-3	2.22812e-3	2.93562e-2	5.354e-6
38	6.128	VV F	3.96e-3	6.05212e-3	2.54573e-2	1.454e-5
39	6.133	VV F	1.62e-3	2.10915e-3	2.17353e-2	5.068e-6
40	6.146	VV B	1.37e-3	2.04596e-3	2.04671e-2	4.916e-6
41	6.362	BV	8.32e-4	1.83455e-3	4.02545e-2	4.408e-6
42	7.887	BV F	6.52e-3	2.22772	4.97426	0.00535
43	7.891	VV F	2.35e-3	1.49799	10.60173	0.00360
44	7.893	VV B	1.96e-3	1.25986	10.68658	0.00303
45	7.896	VV B	1.65e-3	1.01654	10.27962	0.00244
46	7.898	VV B	1.82e-3	1.16048	9.56606	0.00279
47	7.899	VV B	1.92e-3	1.07168	9.29828	0.00258
48	7.901	VV B	2.25e-3	1.14772	8.48742	0.00276
49	7.904	VV B	3.14e-3	1.44805	7.67878	0.00348
50	7.907	VV B	2.24e-3	8.91366e-1	6.63246	0.00214
51	7.909	VV B	3.13e-3	1.11184	5.92967	0.00267
52	7.913	VV B	9.89e-4	2.97588e-1	5.01408	0.00072
53	7.914	VV B	1.47e-3	4.63224e-1	4.60291	0.00111
54	7.915	VV B	5.57e-3	1.48359	4.43682	0.00356
55	7.922	VV B	2.21e-3	4.02465e-1	3.03966	0.00097
56	7.924	VV B	1.62e-3	2.57542e-1	2.64911	0.00062
57	7.926	VV B	9.89e-4	1.43675e-1	2.42153	0.00035
58	7.927	VV B	6.52e-4	9.12799e-2	2.33343	0.00022
59	7.928	VV B	1.94e-3	2.51867e-1	2.16324	0.00061
60	7.929	VV B	4.64e-3	5.44708e-1	1.95737	0.00131
61	7.935	VV B	2.89e-3	2.13243e-1	1.22939	0.00051
62	7.939	VV B	4.04e-3	2.10965e-1	8.69922e-1	0.00051
63	7.945	VB B	1.88e-3	4.52227e-2	3.13557e-1	0.00011

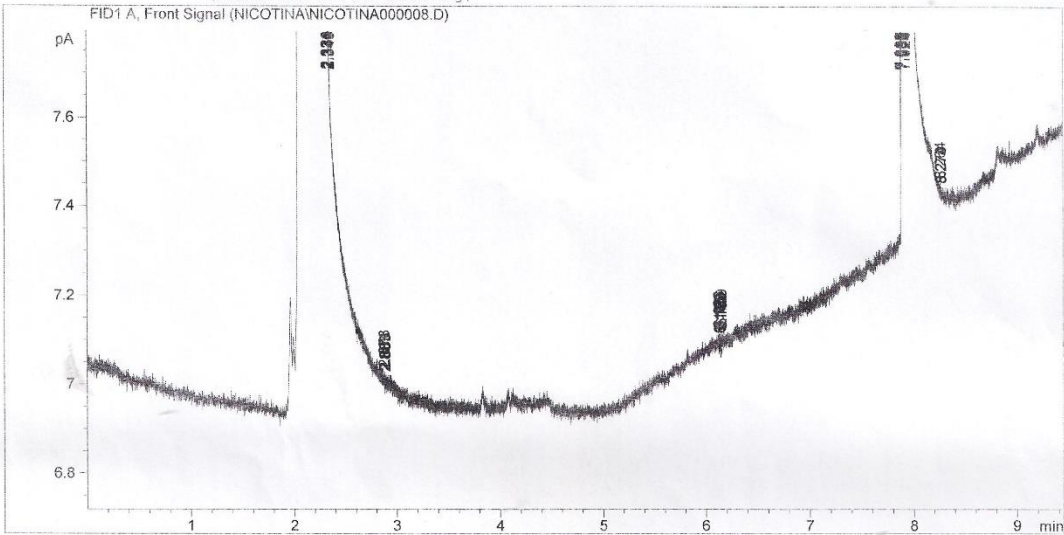
suma 29 áreas.

Anexo 7: Cromatograma Carnival

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000008.D
Sample Name: Carnival

=====
Acq. Operator : Miguel
Acq. Instrument : Instrument 1 Location : -
Injection Date : 27-12-2018 6:11:26 Inj Volume : Manually

Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:11:24 by Miguel
(modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 6:20:52 by Miguel
(modified after loading)
=====



=====
Area Percent Report
=====

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	2.324	BV F	6.03e-3	8.73451e-2	2.41350e-1	0.68773
2	2.328	VV B	1.63e-3	2.52643e-2	2.21712e-1	0.19892
3	2.330	VV B	1.87e-3	2.27951e-2	2.02765e-1	0.17948
4	2.332	VV B	3.36e-3	3.88194e-2	1.92507e-1	0.30565
5	2.336	VV B	3.69e-3	3.14975e-2	1.42304e-1	0.24800
6	2.341	VV B	3.12e-3	2.07598e-2	8.28372e-2	0.16346
7	2.349	VB B	1.04e-3	1.92278e-3	3.02182e-2	0.01514
8	2.878	BV	9.76e-4	1.89704e-3	3.27157e-2	0.01494

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000008.D
Sample Name: Carnival

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	2.883	VV B	1.73e-3	3.90743e-3	3.17882e-2	0.03077
10	2.885	VV B	1.18e-3	2.10923e-3	2.96886e-2	0.01661
11	2.887	VV B	8.72e-4	1.41422e-3	2.70448e-2	0.01114
12	6.128	BV	7.65e-4	1.50391e-3	3.27615e-2	0.01184
13	6.133	VV F	2.72e-3	5.39974e-3	3.30653e-2	0.04252
14	6.135	VV B	7.36e-4	1.16376e-3	2.63710e-2	0.00916
15	6.138	VV F	1.72e-3	3.72986e-3	3.60907e-2	0.02937
16	6.145	VV F	2.57e-3	5.31112e-3	3.44669e-2	0.04182
17	6.150	VV F	1.93e-3	5.24053e-3	4.53598e-2	0.04126
18	6.152	VV B	1.11e-3	2.14702e-3	3.53575e-2	0.01690
19	7.880	BV F	5.20e-3	1.50881	4.39910	11.87990
20	7.885	VV F	1.32e-3	6.55760e-1	8.31115	5.16324
21	7.885	VV F	1.00e-3	5.04729e-1	8.41425	3.97408
22	7.887	VV F	1.33e-3	6.73010e-1	8.42671	5.29906
23	7.888	VV B	1.33e-3	6.62474e-1	8.29574	5.21611
24	7.890	VV B	1.33e-3	6.44491e-1	8.06719	5.07452
25	7.891	VV B	3.22e-3	1.49488	7.74814	11.77017
26	7.894	VV B	5.57e-3	2.31732	6.93913	18.24582
27	7.901	VV B	1.47e-3	4.97301e-1	4.93873	3.91559
28	7.902	VV B	3.00e-3	8.58874e-1	4.76801	6.76250
29	7.906	VV B	2.09e-3	5.75475e-1	3.76112	4.53111
30	7.908	VV B	2.56e-3	6.42363e-1	3.17537	5.05776
31	7.912	VV B	1.60e-3	2.43268e-1	2.52709	1.91542
32	7.913	VV B	7.26e-3	9.80334e-1	2.24976	7.71884
33	7.924	VB B	3.84e-3	1.73439e-1	7.52112e-1	1.36560
34	8.264	BY	2.92e-3	3.84697e-3	2.19605e-2	0.03029
35	8.270	VV B	5.82e-4	5.58085e-4	1.59939e-2	0.00439
36	8.274	VV B	1.18e-3	1.38281e-3	1.64807e-2	0.01089

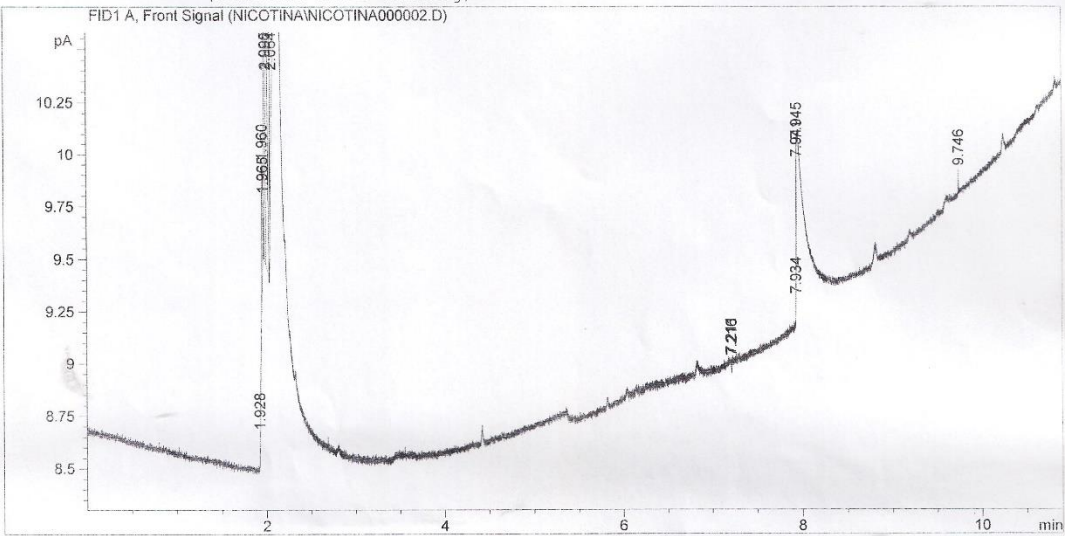
Totals : 12.70054 84.30643

*** End of Report ***

Anexo 8: Cromatograma Tabaca

Data File: C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000002.D
Sample Name: Melisa Tabaca inferior

=====
Acq. Operator : Miguel
Acq. Instrument : Instrument 1 Location : -
Injection Date : 27-12-2018 11:59:04 Inj Volume : Manually
Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 11:59:03 by Miguel
(modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\NICOTINA.M
Last changed : 27-12-2018 12:11:05 by Miguel
(modified after loading)
=====



=====
Area Percent Report
=====

Sorted By : Signal
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.928	BV F	0.0000	3.10808e-4	2.15077e-2	1.005e-5
2	1.960	BV	9.43e-3	3.98113e-1	5.08993e-1	0.01288
3	1.965	VB B	1.78e-3	3.38308e-2	2.49477e-1	0.00109
4	1.995	BV	0.0115	12.02415	16.99589	0.38892
5	2.000	VV B	6.72e-3	7.42061	13.49197	0.24002
6	2.064	VB S	0.0167	3071.53711	2761.54004	99.34896
7	7.211	BV	7.14e-4	1.57285e-3	3.67217e-2	5.087e-5
8	7.216	VV F	3.31e-3	7.77963e-3	3.92226e-2	0.00025

Data File C:\CHEM32\1\DATA\NICOTINA\NICOTINA000002.D
Sample Name: Melisa Tabaca inferior

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	7.934	BV F	0.0000	1.01622e-3	4.19429e-2	3.287e-5
10	7.941	VV F	6.93e-3	1.76115e-1	4.23429e-1	0.00570
11	7.945	VV F	2.34e-3	5.47332e-2	3.89244e-1	0.00177
12	9.746	BB	1.38e-3	9.60389e-3	1.03839e-1	0.00031

Totals : 3091.66494 2793.84228

sum of areas

*** End of Report ***