

Untersuchung von Tabak und Tabakerzeugnissen
Bestimmung des Nikotingehaltes
 Gaschromatographisches Verfahren

DIN
10373

ICS 65.160

Analysis of tobacco and tobacco products —
 Determination of nicotine content — Gaschromatographic method

Analyse du tabac et produits de tabac —
 Dosage de la nicotine — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Inhalt

	Seite
Vorwort	1
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Kurzbeschreibung	2
4 Chemikalien	2
5 Geräte	3
6 Probenahme	3
7 Durchführung	4
8 Bestimmung und Angabe der Ergebnisse	5
9 Präzision des Verfahrens	5
10 Alternative gaschromatographische Verfahren und analytische Vorkehrungen	6
11 Untersuchungsbericht	7

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss „Tabak- und Tabakrauchanalyse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) erarbeitet.

Zur Bestimmung des Nikotingehaltes in Tabak und Tabakerzeugnissen existieren zwei Normen, die unterschiedlichen Prinzipien folgen:

- der Spektralphotometrie
- der Gaschromatographie.

Nach der aus dem Internationalen Normenwerk übernommenen nationalen Norm DIN ISO 2881 werden die Gesamtalkaloide bestimmt, während nach dieser nationalen Norm aufgrund der gaschromatographischen Trennung lediglich das Nikotin bestimmt wird. Gelegentlich können Differenzen bei einigen Tabaksorten aufgrund des Vorhandenseins geringfügiger Mengen anderer Alkaloide als Nikotin auftreten.

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)
 im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung des Nikotingehaltes in Tabak und Tabakerzeugnissen fest.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 10252, *Untersuchung von Tabak und Tabakerzeugnissen — Bestimmung des Wassergehaltes — Karl-Fischer-Verfahren*.

DIN 10257-1, *Untersuchung von Tabak und Tabakerzeugnissen — Probenahme von Feinschnitt-Tabak — Teil 1: Allgemeines*.

DIN 12697, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS*.

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*.

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme; Identisch mit ISO 8243:1991*.

ISO 4874:2000, *Tobacco — Sampling of batches of raw material — General principles*.

ISO 13276:1997, *Tobacco and tobacco products — Determination of nicotine purity — Gravimetric method using tungstosilicic acid*.

3 Kurzbeschreibung

Die gemahlene Tabakprobe wird unter stark alkalischen Bedingungen extrahiert. Der Nikotingehalt wird in einem aliquoten Teil der Extraktionslösung gaschromatographisch bestimmt. Die Berechnung des Nikotingehalts erfolgt nach Bestimmung des Wassergehaltes der Tabakprobe auf der Basis der Trockenmasse des eingesetzten Tabaks.

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Es sind analysenreine Chemikalien und Wasser, das mindestens der Qualität 3 nach DIN ISO 3696 entspricht, zu verwenden.

4.2 Natriumhydroxidlösung, Massenkonzentration ρ (NaOH) = 320 g/l.

4.3 *n*-Hexan, mit einem maximalen Wassergehalt von 1,0 mg/ml.

4.4 Innerer Standard, *n*-Heptadecan oder Chinaldin (Reinheit jeweils mindestens 99 % Massenanteil).

Es dürfen auch Carvon, *n*-Octadecan oder andere geeignete innere Standards eingesetzt werden, sofern ihre Reinheit geprüft und nachgewiesen wurde, dass der innere Standard nicht gemeinsam mit anderen Komponenten der Tabakprobe eluiert wird. Die Peakfläche des der Tabakprobe zugesetzten inneren Standards sollte im Hinblick auf Beständigkeit überwacht werden. Sofern sich Unbeständigkeiten zeigen, sollte der Extrakt einer Tabakprobe ohne inneren Standard im Extraktionsmittel untersucht werden, um zu bestätigen, dass Komponenten des Tabakextraktes nicht zeitgleich mit dem inneren Standard eluiert werden (siehe Abschnitt 10).

4.5 Extraktionsmittel, 1000 ml *n*-Hexan (4.3) versetzt mit 500 µg *n*-Heptadecan (4.4).

4.6 Trägergas, Helium, Stickstoff oder Wasserstoff hoher Reinheit.

4.7 Brenngas, Luft und Wasserstoff hoher Reinheit für den Flammenionisationsdetektor.

4.8 Referenzmaterial, Nikotinsalicylat oder Nikotin bekannter Reinheit. Die Reinheit beider Substanzen ist nach ISO 13276:1997 zu bestimmen. Die Aufbewahrung erfolgt bei 4 °C bis 8 °C unter Lichtausschluss.

4.9 Stammlösung, 0,450 g Nikotinsalicylat (4.8) werden in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben auf 0,0001 g eingewogen und in 50 ml Wasser gelöst. Anschließend werden 100 ml Extraktionsmittel (4.5) und 25 ml Natriumhydroxidlösung (4.2) hinzugefügt. Das erhaltene Zweiphasengemisch wird mit Hilfe einer Schüttelmaschine (5.2) (60 ± 2) min kräftig geschüttelt. Auf eine gute Durchmischung der Phasen ist zu achten. Anschließend wird die obenstehende organische Phase abgetrennt, und die erhaltene Stammlösung wird in einer Braunglasflasche bei 4 °C bis 8 °C aufbewahrt.

Bei Verwendung von Nikotin darf dieses direkt dem Extraktionsmittel (4.5) zugegeben werden.

4.10 Standardlösungen

Jeweils 1,00 ml, 2,00 ml, 3,00 ml, 5,00 ml und 8,00 ml der Stammlösung werden unter Verwendung von Vollpipetten (Klasse AS nach DIN 12697) mit Extraktionsmittel (4.5) auf 20 ml verdünnt. Bei Einwaage von 0,450 g Nikotinsalicylat umfassen die Standardlösungen einen Bereich von etwa 0,5 % bis 3 % Massenanteil Nikotin im Tabak. Die Standardlösungen sind bei 4 °C bis 8 °C unter Lichtausschluss aufzubewahren.

Lösemittel und Lösungen, die bei niedrigen Temperaturen aufbewahrt werden, müssen sich vor dem Gebrauch auf (22 ± 2) °C einstellen.

Der Umrechnungsfaktor von Nikotinsalicylat auf Nikotin beträgt 0,5401.

5 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden:

5.1 Labormühle, für Partikelgrößen kleiner 1 mm.

5.2 Schüttelmaschine.

5.3 Gaschromatograph (GC), ausgestattet mit Flammenionisationsdetektor, Schreiber und Integrator oder einem anderen geeigneten Gerät zur Verarbeitung der Messdaten.

5.4 Kapillarsäule, z. B. mit einem inneren Durchmesser von 0,53 mm und einer Länge von 15 m. Säulenbelegung mit 50%-Phenyl-50%-Dimethylpolysiloxan (oder vergleichbarer Polarität), Filmdicke 1 µm oder eine andere für die Fragestellung geeignete Säule.

5.5 Wärmeschrank, mit Zwangsbelüftung durch natürliche Konvektion.

6 Probenahme

Die Probenahme erfolgt nach den Verfahren, die in ISO 4874 für Tabak, in DIN ISO 8243 für Zigaretten und in DIN 10257-1 für Feinschnitt festgelegt sind.