

DIN ISO 15152



ICS 65.160

**Tabak –
Bestimmung des Gesamtalkaloidgehaltes als Nikotin –
Kontinuierliches Durchflussverfahren (ISO 15152:2003)**

Tobacco –
Determination of the content of total alkaloids as nicotine –
Continuous-flow analysis method (ISO 15152:2003)

Tabac –
Détermination de la teneur en alcaloïdes totaux exprimés en nicotine –
Méthode par analyse en flux continu (ISO 15152:2003)

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 15152:2003 wurde vom ISO/TC 126 „Tabak und Tabakerzeugnisse“, Unterkomitee SC 2 „Blatt-Tabak“ (Sekretariat: Türkei) ausgearbeitet.

Der Arbeitsausschuss „Tabak- und Tabakrauchanalyse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN beschloss die Übernahme ins Deutsche Normenwerk.

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

- der Spektralphotometrie;
- der Gaschromatographie;
- dem kontinuierlichen Durchflussverfahren.

Nach der aus dem internationalen Normenwerk übernommenen nationalen Norm DIN ISO 2881 werden die Gesamtalkaloide spektralphotometrisch bestimmt, nach DIN 10373 ausschließlich der Nikotingehalt auf gaschromatographischer Basis und bei der vorliegenden Norm die Gesamtalkaloide auf Basis des kontinuierlichen Durchflussverfahrens. Bei einigen Tabaksorten können gelegentlich Differenzen zwischen den Ergebnissen auftreten, wenn geringfügige Mengen anderer Alkaloide neben Nikotin auftreten.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen.

ISO 13276:1997 siehe DIN ISO 13276:2003-09

Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise

DIN ISO 13276:2003-09, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Bestimmung der Nikotinreinheit — Gravimetrisches Verfahren mit Kieselwolframsäure (ISO 13276:1997)*

Deutsche Übersetzung

Tabak Bestimmung des Gesamtalkaloidgehaltes als Nikotin Kontinuierliches Durchflussverfahren

Inhalt	Seite
Vorwort	4
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Sicherheitsvorkehrungen	5
5 Chemikalien	8
6 Geräte	9
7 Durchführung	10
8 Auswertung	11
9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	11
10 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Angaben über alternative Analysenverfahren	13
Anhang B (informativ) Beispiel eines Durchflussanalysators	14
Anhang C (informativ) Herstellen einer 5fach gewundenen Mischkapillare	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erstellt.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees ist die Erarbeitung von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Möglichkeit besteht, dass einige Teile dieser Internationalen Norm Patentrechte berühren können. Die ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 15152 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „*Tabak und Tabakerzeugnisse*“, Unterkomitee SC 2 „*Blatt-Tabak*“ erarbeitet.

Einleitung

Eine CORESTA-Arbeitsgruppe¹⁾ untersuchte die verschiedenen allgemein angewandten Verfahren zur Bestimmung des Gesamtalkaloidgehaltes in Tabak, um eines von diesen als „CORESTA Recommended Method“ zu übernehmen. Zwei Verfahren wurden als ISO 2881 und als diese Internationale Norm angenommen. Die zwischen 1989 und 1993 von der CORESTA-Arbeitsgruppe durchgeführten Untersuchungen haben gezeigt, dass die beiden Verfahren für einige schwarze Tabaksorten oder solche Sorten, die wesentliche Gehalte an anderen Alkaloiden als Nikotin enthalten, unterschiedliche Ergebnisse liefern können. Die Untersuchungen ergaben, dass diese Unterschiede auf der Tatsache beruhen können, dass die Ausbeuten und Nachweisempfindlichkeiten der Verfahren für andere Alkaloide als Nikotin anders sind.

1) CORESTA: Cooperation Centre for Scientific Research Relative to Tobacco.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gesamtalkaloidgehaltes als Nikotin in Tabak mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse fest.

Das Verfahren ist für verarbeiteten und unverarbeiteten Tabak anwendbar.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

3 Kurzbeschreibung

Es wird ein wässriger Extrakt (siehe nachstehende Ausführungen) des Tabaks hergestellt und der Gesamtalkaloidgehalt (als Nikotin) des Extraktes durch Reaktion mit Sulfanilsäure und Chlorcyan bestimmt. Das Chlorcyan wird in situ durch die Reaktion von Kaliumcyanid mit Chloramin-T erzeugt (siehe Anhang A). Die gebildete Farbintensität wird bei 460 nm gemessen.

Ringversuche haben gezeigt, dass dieses Verfahren gleichwertige Ergebnisse für Extrakte mit reinem Wasser und mit 5%iger Essigsäure liefert. Wenn gleichzeitig Analysen auf Gesamtalkaloide (als Nikotin) und reduzierend wirkende Substanzen (siehe ISO 15153) oder reduzierend wirkende Kohlenhydrate (siehe ISO 15154) durchzuführen sind, wird die Verwendung von Extrakten mit 5%iger Essigsäure empfohlen.

4 Sicherheitsvorkehrungen

WARNUNG — Kaliumcyanid ist giftig und ein Reizstoff, weshalb alle Sicherheitsvorkehrungen bei der Handhabung dieser Substanz beachtet werden müssen.

Die Lösungen sind von einer ernannten verantwortlichen Person herzustellen. Bei der Herstellung der Lösungen müssen immer Handschuhe und Schutzbrille getragen werden. Die Flaschen mit den hergestellten Reagenzien sind stets in einer geeigneten Sicherheitstragevorrichtung zu transportieren. Um ein Entweichen von Dampf in das Laboratorium zu vermeiden, müssen die Reagenz-Heberrohre durch eine Natronkalk-Falle in die Reagenz-Vorratsflasche führen (siehe Bild 1).

Die cyanid-neutralisierenden Lösungen A und B (5.5 und 5.6) müssen in einen 2-Liter-Büchnerkolben gepumpt und durch Magnetrühren (siehe Bild 2) gemischt werden. Alle Chlorcyan enthaltende Abfalllösungen müssen in diesen Kolben laufen, in dem die Überführung in den Eisen(III)-hexacyanoferrat(II)-Komplex (Berliner Blau) stattfindet. Der Inhalt des Büchnerkolbens muss über einen Überlauf in eine Vorratsflasche für Flüssigkeiten abfließen können, deren Inhalte über Nacht im Abzug aufzubewahren und dann als Abfall zu entsorgen sind.

Geeignete medizinische Ausrüstungen zur Behandlung von Cyanidvergiftungen sind von Laborausrüstern erhältlich und müssen in der Nähe des von einer kompetenten Person bedienten Analysators bereit liegen.