

DIN ISO 20773



ICS 65.160

**Zigaretten –
Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats und des Nikotins im
Nebenstromrauch –
Verfahren unter Verwendung einer linearen Zigaretten-Abrauchmaschine
für Routineanalysen, ausgestattet mit einem Fishtail-Abzug
(ISO 20773:2013)**

Cigarettes –
Determination of nicotine-free dry particulate matter and nicotine in sidestream smoke –
Method using a routine analytical linear smoking machine equipped with a fishtail chimney
(ISO 20773:2013)

Cigarettes –
Détermination de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine et de la nicotine
dans le courant secondaire de fumée –
Méthode utilisant une machine à fumer analytique de routine linéaire équipée d'une
cheminée individuelle en forme de queue de poisson
(ISO 20773:2013)

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	4
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	10
5 Geräte.....	10
6 Reagenzien.....	13
7 Probenahme und Vorbereitung der Zigaretten.....	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Symbole	15
7.3 Vorbereitung der Zigaretten für den Abrauchvorgang	15
7.4 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus Zigaretten	15
7.5 Markieren der Stummellänge	16
7.6 Konditionierung.....	17
7.7 Voruntersuchungen vor dem Abrauchen	17
8 Vorbereitung für den Abrauchgang.....	18
8.1 Abrauchplan	18
8.2 Vorbereitung der Hauptstromrauch- und der Nebstromrauchfallen sowie der Zigarettenhalter	18
8.3 Einstellen der Abrauchmaschine.....	18
8.4 Aufbau des Fishtail-Abzugs, der Nebstromrauchfalle und der Impinger-Falle	18
9 Abrauchverfahren und Sammlung des Nebstromrauchs.....	19
9.1 Vorbereitung des Fishtail-Abzugs	19
9.2 Vorbereitung der Impinger-Falle	19
9.3 Einstellen der Durchflussrate des Fishtail-Abzugs	19
9.4 Verbinden der Halter der Nebstromrauchfallen	19
9.5 Aufzeichnung der atmosphärischen Bedingungen	19
9.6 Bestücken der Rauchmaschine.....	19
9.7 Abrauchen der Zigaretten	20
10 Bestimmung des Rohkondensats.....	20
10.1 Retention des Rohkondensats auf den Filtern.....	20
10.2 Berechnung des auf den Filtern im Nebstromrauch zurückgehaltenen Rohkondensats	21
10.3 Behandlung des auf den Filtern im Nebstromrauch zurückgehaltenen Rohkondensats	21
10.4 Extraktion des Nebstromrauchkondensats im Fishtail-Abzug.....	22
10.5 Schätzung des Nebstromrauchkondensats im Fishtail-Abzug.....	22
11 Bestimmung des Nikotins im Nebstromrauch.....	23
11.1 Bestimmung des Nikotins im Filter des Nebstromrauchs, N_p	23
11.2 Bestimmung des Nikotins in dem Extrakt des Fishtail-Abzugs, N_c	23
11.3 Bestimmung des Nikotins in der Impinger-Falle, N_i	23
11.4 Berechnung des Gesamtnikotins im Nebstromrauch, N	23

12	Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch	24
12.1	Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats des Nebenstromrauchfilters	24
12.2	Bestimmung des gesamten nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch.....	24
13	Untersuchungsbericht	24
13.1	Allgemeines	24
13.2	Kenndaten der Zigarette.....	24
13.3	Angaben zur Probenahme	25
13.4	Beschreibung der Untersuchung	25
13.5	Untersuchungsergebnisse	26
14	Wiederholpräzision und Vergleichpräzision.....	26
Anhang A (informativ) Abrauchpläne		28
Anhang B (informativ) Gebräuchliche Verdünnungsfaktoren für die Schätzung des Rauchkondensats im Fishtail-Abzug		32
Literaturhinweise.....		33

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 20773:2013, die im Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 2971	siehe	DIN ISO 2971
ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 4387	siehe	DIN ISO 4387
ISO 6488	siehe	DIN ISO 6488
ISO 6565	siehe	DIN ISO 6565
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243
ISO 10315	siehe	DIN ISO 10315
ISO 10362-1	siehe	DIN ISO 10362-1
ISO 10362-2	siehe	DIN ISO 10362-2
ISO 13276	siehe	DIN ISO 13276

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 2971, *Zigaretten und Filterstäbe — Bestimmung des Nenndurchmessers — Laserstrahl-Verfahren*

DIN ISO 3308, *Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen — Begriffe und Standardbedingungen*

DIN ISO 3402, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Klima zum Konditionieren und Prüfen*

DIN ISO 4387, *Zigaretten — Bestimmung des Rohkondensats und des nikotinfreien Trockenkondensats unter Verwendung einer Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen*

DIN ISO 6488, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Bestimmung des Wassergehalts — Karl-Fischer-Verfahren*

DIN ISO 6565, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Zugwiderstand von Zigaretten und Druckabfall in Filterstäben — Normbedingungen und Messung*

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme*

DIN ISO 10315, *Zigaretten — Nikotinbestimmung in Rauchkondensaten — Gaschromatographisches Verfahren*

DIN ISO 10362-1, *Zigaretten — Wasserbestimmung in Rauchkondensaten — Teil 1: Gaschromatographisches Verfahren*

DIN ISO 10362-2, *Zigaretten — Wasserbestimmung in Rauchkondensaten — Teil 2: Karl-Fischer-Verfahren*

DIN ISO 13276, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Bestimmung der Nikotinreinheit — Gravimetrisches Verfahren mittels Kieselwolframsäure*

Zigaretten — Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats und des Nikotins im Nebenstromrauch — Verfahren unter Verwendung einer linearen Zigaretten- Abrauchmaschine für Routineanalysen, ausgestattet mit einem Fishtail-Abzug

Einleitung

Zigaretten werden in engen Toleranzgrenzen unter Einsatz strenger Verfahren der Qualitätskontrolle hergestellt.

Jedoch entstammen die Hauptkomponenten, die bei der Herstellung verwendet werden, Naturprodukten (wie Tabak und Papier), woraus ein in sich ungleichmäßiges Endprodukt resultiert. Zusätzliche Komplexität entsteht, da die Zigarette während des Abrauchens verbrannt wird, um Zigarettenrauch zu erhalten.

Die quantitative Bestimmung von Nikotin, des Rohkondensats und des nikotinfreien Trockenkondensats (en: nicotine-free dry particulate matter, NFDPM, gelegentlich auch „Teer“ genannt) ist deshalb von der willkürlichen Festlegung der Verfahrensparameter abhängig, die zur Raucherzeugung und Sammlung herangezogen werden. Insbesondere die Umgebungsbedingungen (z. B. Temperatur, Luftfeuchte, Luftbewegung innerhalb des Laboratoriums), unter denen die Proben konditioniert werden und der Rauch gesammelt wird, spielen eine entscheidende Rolle für die Genauigkeit der Messung.

Nebenstromrauch ist in dieser Internationalen Norm als der Rauch zu verstehen, der während des Abrauchvorgangs entsteht, mit Ausnahme des Anteils, der die Zigaretten am mundseitigen Ende (Hauptstromrauch), verlässt.

ANMERKUNG Der Nebenstromrauch unterscheidet sich vom Tabakrauch in der Umwelt (en: environmental tobacco smoke, ETS), der eine Mischung aus gealtertem und verdünntem, ausgeatmetem Hauptstromrauch und gealtertem und verdünntem Nebenstromrauch darstellt und für dessen Beurteilung das vorliegende Verfahren nicht anzuwenden ist.

Viele verschiedene Verfahren wurden eingesetzt, seit in der Wissenschaft versucht wurde, den Nikotin-, Roh- und Trockenkondensatgehalt im Nebenstromrauch zu bestimmen. Dabei kristallisierten sich Verfahren heraus, die für die Handhabung einer großen Probenanzahl zuverlässiger und geeigneter sind. Unter Berücksichtigung dieser Erkenntnisse wurden in den Jahren 1999 bis 2002 von einer Arbeitsgruppe, bestehend aus CORESTA (www.coresta.org) Mitgliedern, Ringversuche durchgeführt, die gezeigt haben, dass Verbesserungen der Wiederholgrenze und der Vergleichsgrenze erzielt werden, wenn einige Einschränkungen bei der großen Vielfalt der Verfahren und Praktiken vorgenommen werden, auf denen die gängigen Verfahren beruhen.

Diese Internationale Norm, nach vielen Ringversuchen unter Teilnahme zahlreicher Laboratorien aus vielen Ländern erstellt, gibt die von der Arbeitsgruppe vorgeschlagenen und bestätigten Ergebnisse der Optimierung wieder und liefert eine Sammlung von Verfahren, die die anerkannten Referenzverfahren sind und deren Wiederholgrenze und Vergleichsgrenze für die Bestimmungen festgelegt wurden. Die Erfahrungen der Arbeitsgruppe haben gezeigt, wie die strikte Einhaltung der detaillierten Vorgaben und Bedingungen des Verfahrens, wie auch der Erfahrungsstand des Anwenders, die Genauigkeit der Ergebnisse beeinflussen.

Weiterhin sollte das gewählte Verfahren mit den verschiedenen Bedingungen des Einstellens der Gleichgewichts- oder Zugparameter für das Abrauchen der Zigarettenproben kompatibel sein. Die ISO-Normen für die Bestimmung der Werte des Hauptstromrauchs wurden jedoch, soweit wie möglich,

eingehalten, auch wenn die von den verschiedenen Laboratorien eingesetzten Maschinen allesamt lineare Abrauchsysteme waren.

Dieses Verfahren ist ein maschinelles Verfahren und ermöglicht das Abrauchen von Zigaretten unter streng überwachter Einhaltung der Parameter. So ermöglicht das Verfahren, den Nebenstromrauch-NFDPM- und Nikotingehalt von Zigaretten, die unter diesen Bedingungen abgeraucht werden, zu vergleichen und zu klassifizieren. Im Verlauf ihrer Untersuchungen zeigte die Arbeitsgruppe den Wert eines Vergleichs der analytischen Verfahren und deren Stabilität für die Ermittlung der NFDPM- und Nikotinwerte anhand des CORESTA Monitor-Prüflings.

Weil die NFDPM- und Nikotinbestimmungen im Nebenstromrauch naturgemäß komplexer und schwieriger durchzuführen sind als deren Analyse im Hauptstromrauch, ist es sehr zu empfehlen, einen Monitor-Prüfling in die Abrauchpläne mit einzubeziehen, wie es auch bei den Messungen im Hauptstromrauch der Fall ist. Für diesen Zweck ist es möglich, den CORESTA-Monitor oder jeden anderen als internen Standard eingesetzten Monitor zu verwenden. Die Verwendung eines international anerkannten Monitors wird empfohlen.

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Internationalen Norm ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte angewendet werden. Diese Internationale Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Internationalen Norm, geeignete Vorkehrungen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu treffen und vor Anwendung zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen zu berücksichtigen sind.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm ist für die Bestimmung des Rohkondensats und für die nachfolgende Messung des vorhandenen Nikotins und nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch von Zigaretten anwendbar. Das beschriebene Verfahren ist für die in ISO 3308 enthaltenen Abrauchparameter (Zugvolumen, -dauer und -frequenz) und Stummellänge festgelegt, ist aber auch technisch mit anderen Abrauchverfahren umsetzbar.

ANMERKUNG Das Verfahren kann nicht direkt für andere Nebenstromrauchkomponenten angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 2971, *Cigarettes and filter rods — Determination of nominal diameter — Method using a non-contact optical measuring apparatus*

ISO 3308, *Routine analytical cigarette-smoking machine — Definitions and standard conditions*

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

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

ISO 6488, *Tobacco and tobacco products — Determination of water content — Karl Fischer method*

ISO 6565, *Tobacco and tobacco products — Draw resistance of cigarettes and pressure drop of filter rods — Standard conditions and measurement*

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

ISO 10362-1, *Cigarettes — Determination of water in smoke condensates — Part 1: Gas-chromatographic method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Rohkondensat im Nebenstromrauch

Anteil des Nebenstromrauches, der in der Nebenstromrauchfalle aufgefangen wird, zusammen mit dem Anteil des Nebenstromrauches, der an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensiert

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.2**Trockenkondensat im Nebenstromrauch**

Trockenkondensat im Nebenstromrauch besteht aus der Summe des in der Nebenstromrauchfalle aufgefangenen Rohkondensats abzüglich des Wassergehalts zuzüglich dem geschätzten, an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten nikotinfreien Trockenkondensats (diese Angabe erfolgt durch ein im weiteren Verlauf des Textes beschriebenes UV-Absorptionsverfahren), zuzüglich des an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten Nikotins

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.3**nikotinfreies Trockenkondensat im Nebenstromrauch**

Trockenkondensat im Nebenstromrauch nach Abzug des Nikotingehalts

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.4**Nikotin im Nebenstromrauch**

Summe des an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten Nikotins, aus dem in der Nebenstromrauchfalle gesammelten Nikotins und aus dem in der Impinger-Falle gesammelten Nikotins

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.5**Abrauchvorgang**

Abrauchen von Zigaretten vom Anzünden bis zum letzten Zug unter Verwendung einer Abrauchmaschine

3.6**Abrauchgang**

bestimmter Abrauchvorgang zur Erzeugung von genügend Nebenstromrauch aus einer Zigarettenprobe, wie für die Bestimmung der Rauchbestandteile notwendig ist

3.7**Laborprobe**

Probe, die für Laboruntersuchungen oder Prüfungen bestimmt ist und die für die Sammelprobe oder die Teilprobe eines Zeitraums repräsentativ ist

3.8**Untersuchungsprobe**

Zigaretten für Untersuchungen, die nach dem Zufallsprinzip der Laborprobe entnommen wurden und die repräsentativ sind für alle Einzelproben, die die Laborprobe ausmachen

3.9**Konditionierungsprobe**

aus der Untersuchungsprobe ausgewählte Zigaretten, die vor der Untersuchung auf Kondensat und Nikotin im Nebenstromrauch konditioniert werden

3.10**Untersuchungseinheit**

Gruppe von Zigaretten, die für eine Einzelbestimmung vorbereitet werden und die eine nach dem Zufallsprinzip ausgewählte Probe der Untersuchungsprobe oder Konditionierungsprobe, wie zutreffend, darstellen

3.11

Monitor-Prüfling

für eine bestimmte Prüfung hergestellte Probe, die nur zur Verwendung im Labor vorgesehen ist, validiert, dass sie die Anforderungen im Rahmen der festgelegten Toleranzen erfüllt, und deutlich gekennzeichnet, dass sie nicht für den Konsum durch Menschen vorgesehen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Monitor-Prüfling ist eine Probe, die aus einem Los von Zigaretten entnommen wurde und die größtmögliche Homogenität in Bezug auf die physikalischen, chemischen und rauchmengenspezifischen Eigenschaften aufweist.

4 Kurzbeschreibung

- Probenahme der zu untersuchenden Zigaretten.
- Konditionieren der zu untersuchenden Zigaretten.
- Abrauchen der zu untersuchenden Zigaretten auf einer Abrauchmaschine nach ISO 3308, mit Ausnahme der Festlegungen zur Luftgeschwindigkeitskontrolle, und ausgerüstet mit einem Fishtail-Abzug, einem Glasfaserfilter und einer Impinger-Falle für jeden Kanal.
- Simultanes Sammeln des Rohkondensats im Nebenstromrauch an den Wänden des Fishtail-Abzugs und in einem Filter und Auffangen des Nikotins der Gasphase im Nebenstromrauch in einer Impinger-Falle.
- gravimetrische Bestimmung der Masse des in dem Filter gesammelten Rohkondensats im Nebenstromrauch.
- Extraktion des Rohkondensats im Nebenstromrauch von dem Filter zur Bestimmung des Wasser- und Nikotingehalts mittels Gaschromatographie.
- Schätzung des an den Wänden des Fishtail-Abzugs kondensierten nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch mittels eines UV-Absorptionsverfahrens.
- Gaschromatographische Bestimmung des im Filter gesammelten Wassers.
- Gaschromatographische Bestimmung des im Fishtail-Abzug, im Filter und in der Impinger-Falle gesammelten Nikotins.

ANMERKUNG In Ländern, in denen keine gaschromatographischen Verfahren zur Verfügung stehen, sollte ISO 3400 für die Bestimmung der Gesamtalkaloide herangezogen werden. Die Bestimmung des Wassers im Rauchkondensat sollte mit dem in ISO 10362-2 beschriebenen Karl-Fischer-Verfahren durchgeführt werden. Die in diesen Fällen für Nikotin und Wasser im Rauchkondensat erhaltenen Werte können unter Hinzufügen einer Anmerkung bei der Angabe der Ergebnisse verwendet werden.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden:

5.1 Fishtail-Abzug¹⁾, aus Glas hergestellt, Aufbau und Maße sind in Bild 1 dargestellt.

¹⁾ Bezugsquellen für Fishtail-Abzüge können beim ISO/TC 126 erfragt werden.