

Tabak und Tabakerzeugnisse

Bestimmung von Maleinsäurehydrazid-Rückständen

(ISO 4876 : 1980)

DIN

ISO 4876

ICS 65.160

Deskriptoren: Tabak, Tabakerzeugnis, Maleinsäurehydrazid,
Rückstandsuntersuchung

Tobacco and tobacco products – Determination of maleic hydrazide
residues (ISO 4876 : 1980)

Tabac et produits du tabac – Détermination des résidues d'hydrazide
maléique (ISO 4876 : 1980)

Die Internationale Norm ISO 4876 : 1980, "Tobacco and tobacco products – Determination of maleic hydrazide residues", ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Beratung der Bestimmung der Maleinsäurehydrazid-Rückstände in Tabak und Tabakerzeugnissen durch das ISO/TC 126 "Tabak und Tabakerzeugnisse" (Sekretariat: Deutschland) führte 1980 zur Veröffentlichung der Norm ISO 4876. Die Veröffentlichung erfolgte gegen deutsches Votum.

Da sich das in ISO 4876 festgelegte Verfahren über Jahre auch in Deutschland in der Praxis bewährt hat, beschloß der Arbeitsausschuß "Tabak- und Tabakrauchanalyse" des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN die Übernahme ins Deutsche Normenwerk.

Zu den in Abschnitt 2 genannten ISO-Normen wird auf folgende Deutsche Normen hingewiesen:

ISO 1042 siehe DIN 12664-1

ISO 1770 siehe DIN 12778

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas – Meßkolben mit einer Marke – Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12778

Laborgeräte aus Glas – Laborthermometer, Skalenwerte 1°C und 2°C

Fortsetzung Seite 2 bis 8

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

Deutsche Übersetzung

Tabak und Tabakerzeugnisse

Bestimmung von Maleinsäurehydrazid-Rückständen

Vorwort

Die ISO (Internationale Normungsorganisation) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für welches 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 von einem Technischen Komitee verabschiedeten Entwürfe für Internationale Normen werden den Mitgliedskörperschaften zunächst zur Genehmigung vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Norm angenommen werden.

Die Internationale Norm ISO 4876 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 "Tabak und Tabakerzeugnisse" aufgestellt und im November 1978 an die Mitgliedskörperschaften verteilt.

Die Internationale Norm ISO 4876 wurde von den ISO-Mitgliedskörperschaften der folgenden Länder angenommen:

Ägypten	Irland	Spanien
Australien	Italien	Südafrika
Belgien	Jugoslawien	Thailand
Brasilien	Korea, Republik	Tschechoslowakei
Bulgarien	Niederlande	Türkei
Frankreich	Rumänien	UdSSR
Griechenland	Schweden	Vereinigtes Königreich
Indien	Schweiz	

Die ISO-Mitgliedskörperschaften folgender Länder haben diese Norm aus technischen Gründen abgelehnt:

Deutschland, F. R.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Maleinsäurehydrazid-Rückständen in Tabak und Tabakerzeugnissen fest.

Das Verfahren ist anwendbar zur Bestimmung von Rückständen von Maleinsäurehydrazid-Geizenhemmern in Tabak und Tabakerzeugnissen, die beim Tabakanbau eingesetzt werden.

2 Normative Verweisungen

ISO 1042

Laborgeräte aus Glas – Meßkolben mit einer Marke

ISO 1770

Stabthermometer für allgemeine Zwecke

ISO 4793

Laboratoriumsfilter, gesintert (gefrittet) – Gradation nach Porosität, Klassifikation und Bezeichnung

ISO 4874

Tabak – Probenahme bei Rohstoffpartien – Allgemeine Grundsätze

3 Prinzip

Durch Erhitzen der Probe mit Natriumhydroxidlösung werden flüchtige basische Bestandteile entfernt. Nach Zugabe von Zinkgranulat wird das Maleinsäurehydrazid durch naszierenden Wasserstoff zu Bernsteinsäurehydrazid reduziert, das anschließend hydrolysiert wird. Das freigesetzte Hydrazin wird abdestilliert. Nach Zugabe von 4-Dimethylaminobenzaldehyd wird der entstandene gelbe Farbkomplex spektralphotometrisch gemessen.

Falls erforderlich, kann das Verfahren durch einen Säureaufschluß der Tabakprobe und durch eine Reinigung des Destillats mit Aktivkohle ergänzt werden.

4 Chemikalien

Es sind analysenreine Chemikalien und destilliertes Wasser oder Wasser mindestens gleichwertiger Reinheit zu verwenden.

4.1 4-Dimethylaminobenzaldehyd-Lösung, 20 g/l in Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

4.1.1 Reinigung der Chemikalie

20 g 4-Dimethylaminobenzaldehyd werden in 150 ml absolutem Ethanol gelöst. Anschließend werden 5 g Aktivkohlepulver zugegeben, das Gemisch wird 5 min mechanisch gerührt und durch einen Büchner-Trichter filtriert. Dem Filtrat werden langsam und unter ständigem Rühren 200 ml Wasser von 0°C zugegeben. Die weißen oder blaßgelben Kristalle werden mit einem Buchner-Trichter abfiltriert, mit 50 ml kaltem Wasser nachgewaschen und in einem Exsikkator über Phosphor(V)-oxid unter Vakuum getrocknet. Die anschließende Lagerung erfolgt in einer Braunglasflasche.

4.1.2 Herstellung der Reagenz-Lösung

2 g der gereinigten Kristalle werden in 100 ml Schwefelsäurelösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$, (siehe 4.6) gelöst und, falls erforderlich, durch eine Glasfritte filtriert.

Die Lösung ist im Kühlschrank bis 1 Monat haltbar; ansonsten sollte täglich frisches Reagenz zubereitet werden.

4.2 Maleinsäurehydrazid; Standardlösung, 10 µg/ml.

10 mg Maleinsäurehydrazid werden auf 0,1 mg eingewogen, in 100 ml Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, (siehe 4.5) gelöst und mit Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.

4.3 Zinkgranulat mit einer Teilchengröße von 500 µm und einer Schüttdichte von nicht mehr als 1,70 g/ml.

Die Qualität des Zinks ist von entscheidender Bedeutung. Es wird daher empfohlen, das zu verwendende Zink zu prüfen. Zu diesem Zweck wird die Färbung einer Standardlösung von Hydrazinsulfat mit 4-Dimethylaminobenzaldehyd mit der Färbung des Maleinsäurehydrazids nach der Reduktion und Destillation verglichen.

4.4 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 12,5 \text{ mol/l}$.

4.5 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6 Schwefelsäurelösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

4.7 Eisen-(II)-chlorid-Tetrahydrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}$)

Es sollte durch Prüfung sichergestellt sein, daß mit einer Lösung von 4-Dimethylaminobenzaldehyd keine Farb-reaktion erfolgt.

4.8 Entschäumer (Paraffinwachs oder raffiniertes Pflanzenöl).

4.9 Siedesteine.

4.10 Öl mit hohem Siedepunkt für die Thermometerhülse.

4.11 Tabak, frei von Maleinsäurehydrazid, mit ähnlichen Eigenschaften wie die untersuchte Probe (siehe Anmerkung zu 7.4).

5 Geräte

Die üblichen Laboratoriumsgeräte und die folgenden:

5.1 Meßkolben, die der Klasse A nach ISO 1042 entsprechen, Nennvolumen 25 ml, 100 ml und 1000 ml.

5.2 Meßzylinder, Nennvolumen 100 ml.

5.3 Becherglas, Nennvolumen 250 ml.

5.4 Glasfritte (Büchner-Trichter), Porosität P 100, der den Anforderungen von ISO 4793 entspricht.