

DIN EN ISO 24199

ICS 65.160

Einsprüche bis 2021-09-02

Entwurf

**Dampfprodukte –
Bestimmung von Nikotin in Emissionen von Dampfprodukten –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 24199:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 24199:2021**

Vapour products –
Determination of nicotine in vapour product emissions –
Gas chromatographic method (ISO/DIS 24199:2021);
German and English version prEN ISO 24199:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-07-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24199:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 437 „Elektronische Zigaretten und E-Liquids“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 057-04-01-05 AK „E-Zigarette und Liquids für E-Zigaretten“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 5725-5:1998	siehe	DIN ISO 5725-5:2002-11
ISO 13276	siehe	DIN ISO 13276
ISO 13528:2015	siehe	DIN ISO 13528:2020-09
ISO/TR 22971:2005	siehe	DIN ISO/TR 22971 (DIN SPEC 55318):2012-02

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 5725-5:2002-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-5:1998)*

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

DIN ISO 13528:2020-09, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche (ISO 13528:2015, korrigierte Fassung 2016-10-15); Text Deutsch und Englisch*

DIN ISO/TR 22971 (DIN SPEC 55318):2012-02, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen - Leitfaden zur Verwendung von ISO 5725-2:1994 bei der Entwicklung, Einführung und statistischen Analyse von Ringversuchsergebnissen zur Wiederhol- und Vergleichpräzision (ISO/TR 22971:2005); Text Deutsch und Englisch*

Titel de: Dampfprodukte — Bestimmung von Nikotin in Emissionen von Dampfprodukten — Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 24199:2021)

Titel en: Vapour products — Determination of nicotine in vapour product emissions — Gas chromatographic method (ISO/DIS 24199:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe.....	6
4 Kurzbeschreibung.....	7
5 Reagenzien.....	7
6 Prüfeinrichtung.....	8
7 Durchführung.....	8
7.1 Vorbereitung der Untersuchungsproben.....	8
7.2 Handhabung von Glasfaserfiltern.....	9
7.3 Sammeln von Aerosolen und Probenherstellung.....	9
7.4 Untersuchungsprobe.....	9
7.5 Einrichten der Geräteeinheit.....	9
7.6 Kalibrierung des Gaschromatographen.....	10
7.7 Bestimmung.....	10
8 Angabe der Ergebnisse.....	10
9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision.....	11
9.1 Ergebnisse einer Ringversuchsstudie (Studie 1).....	11
9.2 Ergebnisse einer Ringversuchsstudie (Studie 2).....	12
10 Prüfbericht.....	13
Anhang A (informativ) Beispielchromatogramm für die Nikotinanalyse.....	14
Literaturhinweise.....	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24199:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 437 „Elektronische Zigaretten und E-Liquids“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 24199:2021 wurde von CEN als prEN ISO 24199:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126, *Tobacco and tobacco products*, Unterkomitee SC 3, *vape and vapour products*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

In vielen Ländern erfordern die Vorschriften für Dampfprodukte eine Berichterstattung über Nikotinverbindungen in Emissionen. Daher ist es notwendig, über eine Internationale Norm zu verfügen, um verlässliche/vergleichbare Daten zu Nikotin in Emissionen von elektronischen Zigaretten zu erhalten.

Das Verfahren in diesem Dokument basiert auf dem von CORESTA empfohlenen Verfahren (CRM) 84 [9], das auf der Grundlage der Ergebnisse einer 2015 durchgeführten Ringversuchsstudie mit 18 Laboratorien [12] und einer 2019 durchgeführten Ringversuchsstudie mit 11 Laboratorien [13] erstellt wurde.

Dieses Dokument wurde erarbeitet, um die Verfahren zu beschreiben, mit denen der Nikotingehalt im Aerosol von Dampfprodukten unter Verwendung von Gaschromatographie in Verbindung mit einem Flammenionisationsdetektor gemessen wird. Die experimentellen Auslegungsparameter [10] [11] zum Sammeln des aerosolisierten Dampfes sollten für jede Analyse bewertet und dokumentiert werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Analyseverfahren zur Quantifizierung von Nikotin in gesammelten Emissionen von Dampfprodukten durch Gaschromatographie fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 20768, *Vapour products — Routine analytical vaping machine — Definitions and standard conditions*

ISO 24197, *Vapour products — Determination of e-liquids vaporised mass and aerosol collected mass*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Dampfprodukt

für den menschlichen Gebrauch vorgesehenes Gerät, das üblicherweise elektronische Bauteile enthält, die eine Flüssigkeit verdampfen, um ein Aerosol zu erzeugen, das von der Luft getragen wird, die der Benutzer durch das Gerät zieht

[QUELLE: ISO 20768:2018, 3.1, modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff wurde entfernt]

3.2

E-Liquid

flüssiges oder gelartiges Verbrauchsmaterial, das Nikotin enthalten kann und das für die Umwandlung in ein Aerosol und zur anschließenden Inhalation mit einem elektronischen Gerät zur Abgabe von Nikotin vorgesehen ist

[QUELLE: ISO 20714:2019, 3.1, modifiziert – Verweisung auf die nachfolgende Definition des elektronischen Geräts zur Abgabe von Nikotin wurde entfernt]

3.3

gesammelte Aerosolmasse

ACM, en: aerosol collected mass

auf einem Glasfaserfilter gesammelte Aerosolmasse, die sich aus dem Betrieb eines Dampfprodukts durch eine Maschine für E-Zigaretten zur Aerosolerzeugung und -erfassung für Routineanalysen nach einer festgelegten Anzahl von Zügen ergibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Maschine für E-Zigaretten zur Aerosolerzeugung und -erfassung für Routineanalysen wird von ISO 20768 abgedeckt.

3.4

Zug-Block

endliche Serie von aufeinander folgenden Zügen, wie vom Benutzer oder durch die Prüfanforderung festgelegt

BEISPIEL Zug-Block 1: Züge 1 bis 50, Zug-Block 2: Züge 51 bis 100, Zug-Block 3: Züge 101 bis 150.

4 Kurzbeschreibung

Die Emissionen von Dampfprodukten werden wie in ISO 20768 beschrieben erzeugt und gesammelt. Die gesammelte Aerosolmasse wird gravimetrisch bestimmt. Das gesammelte Material wird dann mit einer Isopropanollösung, die interne(n) Standard(s) enthält, extrahiert. Der Nikotingehalt eines Aliquots der Lösung wird mittels Kapillar-Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (GC-FID) bestimmt und durch interne Standardkalibrierung quantifiziert. Der Nikotingehalt in den Emissionen des Dampfprodukts wird berechnet. Die Ergebnisse werden je nach Bedarf als Gewicht des Nikotins je Zug, je gesammelte Aerosolmasse (ACM) oder je Zug-Block angegeben.

5 Reagenzien

Es sind ausschließlich analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 Trägergas: Helium (CAS: 7440-59-7), Stickstoff (CAS: 7727-37-9) oder Wasserstoff (CAS: 1333-74-0) hoher Reinheit.

5.2 Hilfgase: Luft und Wasserstoff (CAS: 1333-74-0) hoher Reinheit für den Flammenionisationsdetektor.

5.3 Isopropanol (CAS 67-63-0), Mindestreinheit 99 %, verwendet mit internem(n) Standard(s) zur Herstellung der Extraktionslösung.

5.4 Interne Standards hoher Reinheit: Chinaldin (CAS: 91-63-4) oder n-Heptadecan (CAS: 629-78-7) mit einer Reinheit von nicht weniger als 99 %.

Es dürfen n-Octadecan (CAS: 593-45-3) oder andere geeignete interne Standards verwendet werden, nachdem ihre Reinheit bewertet und nachgewiesen wurde, dass der interne Standard nicht gemeinsam mit anderen Komponenten in dem Probenextrakt eluiert wird. Die Peakfläche des der Probe zugesetzten internen Standards sollte im Hinblick auf Beständigkeit überwacht werden. Sofern sich Unbeständigkeiten zeigen, sollte eine Analyse einer hergestellten Probelösung ohne den internen Standard durchgeführt werden, um das Fehlen eines Peaks im Extrakt zu bestätigen, der zeitgleich mit dem internen Standard eluiert.

5.5 Extraktionslösung: Isopropanol (5.3), versetzt mit einer geeigneten Konzentration internen Standards (5.4), diese liegt in der Regel zwischen 0,1 mg/ml und 1,0 mg/ml.

5.6 Referenzsubstanz: Nikotin (CAS: 54-11-5) bekannter Reinheit von nicht weniger als 98 %. Nikotinsalicylat (CAS: 29790-52-1) bekannter Reinheit von nicht weniger als 98 % darf ebenso verwendet werden. Die Aufbewahrung der Referenzsubstanz erfolgt bei einer Temperatur, die der Empfehlung des Herstellers entspricht.

Die Reinheit von Nikotin oder Nikotinsalicylat darf nach ISO 13276 oder jedem anderen validierten Verfahren geprüft werden.

5.7 Kalibrierlösungen.

Es wird eine Reihe von mindestens fünf Kalibrierlösungen mit Konzentrationen hergestellt, die den Bereich der zu erwartenden Konzentrationen in der Untersuchungsprobe abdecken, indem der Extraktlösung eingewogene Mengen Nikotin (5.6) zugesetzt werden. Der empfohlene Konzentrationsbereich beträgt 0,05 mg/ml ~ 2,0 mg/ml.

Diese Lösungen sind bei 2 °C bis 8 °C unter Lichtausschluss aufzubewahren.

Die Lösungen müssen sich vor dem Gebrauch auf Umgebungstemperatur einstellen.

Stabilität und Lagerzeit sollten vom Labor bewertet werden.

ANMERKUNG (22 ± 2) °C wird allgemein als geeignet für die Umgebungstemperatur angesehen.

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden.

6.1 Gaschromatograph, ausgestattet mit Flammenionisationsdetektor und einem geeigneten System zur Verarbeitung der Messdaten.

6.2 Kapillar-Säule.

DB-ALC1-Kapillarsäule¹ (30 m Länge; 0,32 mm ID; 1,8 µm Filmdicke) hat sich als zufriedenstellend erwiesen.

Alternative Kapillar-Säulen (z. B. eine WAX-Säule oder eine DB-624-Säule) dürfen verwendet werden, vorausgesetzt, die Peaks für Lösemittel, interne(n) Standard(s), Nikotin, Propylenglykol, Glycerin und andere Komponenten im Probenextrakt werden gut getrennt, was eine Optimierung der Gerätebedingungen erfordern kann.

6.3 Maschine für E-Zigaretten zur Aerosolerzeugung und -erfassung.

Die Aerosole werden auf einer Maschine für E-Zigaretten zur Aerosolerzeugung und -erfassung erzeugt, die den in ISO 20768 beschriebenen Spezifikationen entspricht.

Normbedingungen für die Zugdauer und das Zugprofil sind in ISO 20768 beschrieben, es dürfen auch andere Parameter verwendet werden.

7 Durchführung

7.1 Vorbereitung der Untersuchungsproben

Alle zu prüfenden Dampfprodukte müssen entsprechend der in ISO 20768 angegebenen Prüfatmosphäre aufbewahrt werden. Dampfprodukte mit wiederaufladbaren Batterien müssen vor der Prüfung vollständig geladen sein. Die Aerosole werden auf einer Maschine für E-Zigaretten zur Aerosolerzeugung und -erfassung erzeugt, die den in ISO 20768 beschriebenen Spezifikationen entspricht.

1 ALC1 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.