

DIN ISO 10315

ICS 65.160

Entwurf

Einsprüche bis 2015-12-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 10315:2000-12

**Zigaretten –
Nikotinbestimmung in Rauchkondensaten –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO 10315:2013)**

Cigarettes –
Determination of nicotine in smoke condensates –
Gas-chromatographic method (ISO 10315:2013)

Cigarettes –
Dosage de la nicotine dans les condensats de fumée –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 10315:2013)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-10-09 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 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 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Chemikalien.....	6
5 Geräte.....	7
6 Durchführung.....	8
6.1 Untersuchungsprobe.....	8
6.2 Einrichten der Geräteeinheit	8
6.3 Kalibrieren des Gaschromatographen	8
6.4 Bestimmung.....	9
7 Angabe der Ergebnisse	9
8 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	9
9 Alternative gaschromatographische Verfahren und analytische Vorkehrungen.....	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Alternative Säulen.....	10
9.2.1 Gepackte Säulen.....	10
9.2.2 Kapillarsäulen.....	10
9.3 Injektionssysteme	11
9.4 Alternative interne Standards.....	11
10 Untersuchungsbericht.....	11
Anhang A (informativ) Anwendung dieses Verfahrens mit der gaschromatographischen Bestimmung von Wasser	12
Literaturhinweise.....	13

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (ISO 10315:2013) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

Die Beratung der gaschromatographischen Bestimmung von Nikotin in Rauchkondensaten wurde 1986 in das Arbeitsprogramm des Technischen Komitees ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ (Sekretariat: Deutschland) aufgenommen. Nach Überarbeitung der zweiten Ausgabe konnte die dritte Ausgabe der Internationalen Norm ISO 10315 zunächst im Jahre 2013 veröffentlicht werden. Diese Ausgabe wurde 2014 berichtigt und als konsolidierte Fassung veröffentlicht. Die konsolidierte Fassung führt weiterhin das Ausgabedatum 2013.

Der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) beschloss die Anpassung der 2000 erschienenen DIN ISO 10315 an die 2013 erschienene dritte Ausgabe der ISO 10315 unter Berücksichtigung der in 2014 veröffentlichten korrigierten Fassung. Der Arbeitsausschuss traf seine Entscheidung insbesondere unter dem Gesichtspunkt der notwendigen Harmonisierung der internationalen und nationalen Normen im Bereich der Abrauchanalytik.

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

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

ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 4387	siehe	DIN ISO 4387
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243
ISO 10362-1	siehe	DIN ISO 10362-1
ISO 13276	siehe	DIN ISO 13276

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des ISO 10315:2013 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 10315:2000-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Mit der Aufnahme der Änderung ISO 10315:2000/Amd. 1:2011 wird in der Einleitung erläutert, dass kein einzelnes maschinelles Abrauchverfahren menschliches Rauchverhalten in seinen verschiedenen Ausprägungen beschreiben kann. Technische Änderungen ergeben sich daraus nicht.
- b) Aufnahme eines Warnhinweises;
- c) Aufnahme des letzten Satzes im Abschnitt 1 als Anmerkung 1;
- d) Angabe von CAS-Nummern in Abschnitt 4;
- e) Überarbeitung des Unterabschnitts 4.6 bezüglich der Reinheit von Nikotin oder Nikotinsalicylat;
- f) Aufnahme von Anmerkungen im Unterabschnitt 9.2.2 und im Anhang A;
- g) Anpassung der Norm an die derzeit gültigen Gestaltungsregeln.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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 Abrauchmaschine für Routineanalysen*

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme*

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

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

Zigaretten — Nikotinbestimmung in Rauchkondensaten — Gaschromatographisches Verfahren

Einleitung

Diese Norm kann als ein Teil einer Normenreihe angesehen werden, die vom ISO/TC 126 erarbeitet wurde und die die Bestimmung des Rohkondensats und des nikotinfreien trockenen Rohkondensats (en: nicotine-free dry particulate matter, NFDPM) im Zigaretten-Rauchkondensat beschreibt. Die Reihe umfasst: ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315, ISO 10362-1.

Nach der Internationalen Norm ISO 3400 werden die Gesamtalkaloide bestimmt, während nach dieser Internationalen Norm auf Grund der gaschromatographischen Trennung lediglich das Nikotin bestimmt wird. Gelegentlich können Differenzen bei einigen Tabaksorten auf Grund des Vorhandenseins geringfügiger Mengen anderer Alkaloide als Nikotin auftreten.

Anhang A informiert über die Anwendung dieses Verfahrens gleichzeitig oder in Verbindung mit dem gaschromatographischen Verfahren zur Wasserbestimmung nach ISO 10362-1.

Literaturhinweise sind vorhanden.

Kein einzelnes maschinelles Abrauchverfahren kann menschliches Rauchverhalten in seinen verschiedenen Ausprägungen beschreiben:

- Es wird empfohlen, dass Zigaretten zusätzlich unter anderen maschinellen Abrauchbedingungen als die in dieser Internationalen Norm genannten geprüft werden.
- Aus produkttechnischen Gründen und aus Gründen der Rechtsetzung ist es sinnvoll, Zigaretten maschinell abzurauchen, um Informationen über Zigarettenrauchbestandteile zu erhalten. Jedoch können aus der Darstellung der maschinell ermittelten Messergebnisse beim Konsumenten Missverständnisse bezüglich Exposition und Risiko unterschiedlicher Marken entstehen.
- Ergebnisse maschinellen Abrauchens dürfen als ein Beitrag zur Risikobewertung herangezogen werden, sie sind jedoch weder vorgesehen noch geeignet, als Maß möglicher menschlicher Exposition oder Risiko zu dienen. Die Anwendung von ISO-Normen zur Prüfung von Produkten ist dann missbräuchlich, wenn Messergebnisse unterschiedlicher Produkte als Unterschiede in Exposition oder Risiko kommuniziert werden.

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Norm ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte verwendet 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 legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung von Nikotin im Zigaretten-Rauchkondensat fest. Das Abrauchen der Zigaretten und das Sammeln des Hauptstromrauches erfolgen in der Regel nach ISO 4387.

ANMERKUNG 1 Das in dieser Norm festgelegte Verfahren ist auch anwendbar für die Bestimmung von Nikotin in Zigaretten-Rauchkondensat, das durch nicht normgerechtes Abrauchen gewonnen wurde.

ANMERKUNG 2 In Ländern, die nicht in der Lage sind, das gaschromatographische Verfahren routinemäßig anzuwenden, sollte auf ISO 3400 für die Bestimmung der gesamten Nikotin-Alkaloide verwiesen werden. In den Fällen, in denen die Werte mit dem in ISO 3400 beschriebenen Verfahren bestimmt werden, dürfen diese unter Hinzufügung einer Anmerkung bei der Angabe der Ergebnisse verwendet 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 4387, *Cigarettes — Determination of total and nicotine-free dry particulate matter using a routine analytical smoking machine*

3 Kurzbeschreibung

Das Rauchkondensat des Hauptstromrauches wird in einem Lösemittel, das einen inneren Standard enthält, gelöst. Der Nikotingehalt wird in einem aliquoten Teil dieser Lösung mittels Gaschromatographie bestimmt. Die Berechnung des Nikotingehalts erfolgt auf der Basis des gesamten Rauchkondensats.

4 Chemikalien

Es sind ausschließlich analysenreine Chemikalien zu verwenden.

4.1 Trägergas: Helium (CAS: 7440-59-7) oder Stickstoff (CAS: 7727-37-9) hoher Reinheit (mindestens 99,999 %).

4.2 Hilfsgase: Wasserstoff (CAS: 1333-74-0) hoher Reinheit (mindestens 99,999 %) und Luft für den Flammenionisationsdetektor.

4.3 Propan-2-ol (CAS: 67-63-0), mit einem maximalen Wassergehalt von 1,0 mg/ml.

4.4 Interner Standard: *n*-Heptadecan (CAS: 629-78-7) oder Chinaldin (CAS: 91-63-4) mit einer Reinheit von nicht weniger als 99 %.

Es dürfen auch Carvon (CAS: 99-49-0), *n*-Octadecan (CAS: 593-45-3) oder andere geeignete interne Standards eingesetzt werden, sofern ihre Reinheit geprüft wurde und nachgewiesen wurde, dass der interne Standard nicht gemeinsam mit anderen Komponenten des Rauchkondensats eluiert wird. Die Peakfläche des der Probe zugesetzten internen Standards sollte im Hinblick auf Beständigkeit überwacht werden. Sofern sich Unbeständigkeiten zeigen, sollte der Extrakt einer Rauchkondensatprobe ohne internen Standard im Extraktionsmittel untersucht werden, um zu bestätigen, dass Komponenten des Rauchextrakts nicht zeitgleich mit dem internen Standard eluiert werden (siehe Abschnitt 9).

4.5 Extraktionsmittel: Propan-2-ol (4.3) versetzt mit einer geeigneten Massenkonzentration internen Standards (4.4); diese liegt in der Regel zwischen 0,2 mg/ml und 0,5 mg/ml.

Lösemittel, die außerhalb eines temperaturkontrollierten Laboratoriums aufbewahrt werden, müssen sich vor dem Gebrauch auf (22 ± 2) °C einstellen.

4.6 Referenzsubstanz: Nikotin (CAS: 54-11-5) bekannter Reinheit von nicht weniger als 98 %.

Die Aufbewahrung erfolgt bei 0 °C bis 4 °C unter Lichtausschluss.

Nikotinsalicylat (CAS: 29790-52-1) bekannter Reinheit von nicht weniger als 98 % darf ebenso verwendet werden.

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

4.7 Kalibrierlösungen

Das Nikotin (4.6) wird in dem Lösemittel (4.5) gelöst, um eine Reihe von mindestens 4 Kalibrierlösungen herzustellen, deren Konzentrationen den Bereich umfassen, in dem der Nikotingehalt der Untersuchungsprobe (üblicherweise 0,02 mg/ml bis 2,0 mg/ml) erwartet wird. Diese Lösungen sind bei 0 °C bis 4 °C unter Lichtausschluss aufzubewahren.

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

5 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden.

5.1 Gaschromatograph, ausgestattet mit Flammenionisationsdetektor, Schreiber und Integrator oder einem anderen geeigneten Gerät zur Verarbeitung der Messdaten (siehe Abschnitt 9).

5.2 Säule, mit einem inneren Durchmesser von 2 mm bis 4 mm und einer Länge von vorzugsweise 1,5 m bis 2 m.

Die Säule besteht vorzugsweise aus Glas, es dürfen aber auch andere Materialien wie desaktivierter Edelstahl oder Nickel verwendet werden. Stationäre Phase: 10 % Polyethylenglycol (PEG) 20 000 plus 2 % Kaliumhydroxid auf säurebehandeltem silanisiertem Trägermaterial, 150 µm (100 mesh) bis 190 µm (80 mesh) (siehe auch Abschnitt 9).

6 Durchführung

6.1 Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe wird vorbereitet, indem das Rauchkondensat, das durch maschinelles Abrauchen einer bekannten Anzahl an Zigaretten gewonnen wurde, in 20 ml bei Verwendung von 44 mm-Filterscheiben oder 50 ml bei Verwendung von 92 mm-Filterscheiben des Lösemittels (4.5) gelöst wird. Es ist darauf zu achten, dass die Filterscheibe vollständig mit Lösemittel bedeckt ist. Das Volumen darf so eingestellt werden, dass sich eine für die Kalibrierkurve (siehe 6.3) geeignete Nikotinkonzentration ergibt, vorausgesetzt, dass das Volumen für eine wirksame Extraktion des Rauchkondensats ausreicht. Die Bestimmung sollte so bald wie möglich erfolgen. Wenn eine Aufbewahrung der Probe unvermeidbar ist, erfolgt diese bei 0 °C bis 4 °C unter Lichtausschluss. Für das genormte Abrauchen wird auf ISO 4387 verwiesen.

6.2 Einrichten der Geräteeinheit

Die Geräteeinheit ist zu installieren, und der Gaschromatograph (5.1) ist nach den Vorgaben des Herstellers in Betrieb zu nehmen. Es ist sicherzustellen, dass die Peaks für Lösemittel, internen Standard, Nikotin und andere Rauchkomponenten, insbesondere Neophytadien (dessen Peak unter bestimmten Bedingungen auf dem Ausläufer des Nikotinpeaks liegen kann) gut getrennt werden (siehe auch Abschnitt 9).

Folgende Arbeitsbedingungen sind geeignet :

- Säulentemperatur: 170 °C (isotherm),
- Injektionstemperatur: 250 °C,
- Detektortemperatur: 250 °C,
- Trägergas: Helium oder Stickstoff mit einem Durchfluss von etwa 30 ml/min,
- Injektionsvolumen: 2 µl.

Unter den genannten Bedingungen beträgt die Analysenzeit etwa 6 min bis 8 min (siehe auch Abschnitt 9).

6.3 Kalibrieren des Gaschromatographen

Ein aliquoter Teil (2 µl) jeder Kalibrierlösung (4.7) wird in den Gaschromatographen eingespritzt. Die Peakflächen (oder -höhen) des Nikotins und des internen Standards (4.4) werden aufgezeichnet. Die Bestimmung wird mindestens zweimal durchgeführt.

Das Verhältnis zwischen Nikotinpeak und Peak des internen Standards wird für jede Kalibrierlösung auf der Grundlage der Peakflächen (oder -höhen) berechnet. Unter Berücksichtigung der Nikotinkonzentrationen und der Flächenverhältnisse wird die Kurve gezeichnet und es wird aus diesen Daten eine lineare Regressionsgleichung berechnet (Nikotinkonzentration bezogen auf die Flächenverhältnisse). Die Kurve sollte linear sein, und die Regressionsgerade sollte durch den Nullpunkt verlaufen. Es ist die Steigung der Regressionsgleichung zu verwenden.

Das gesamte Kalibrierungsverfahren wird täglich durchgeführt. Zusätzlich wird jeweils nach den Bestimmungen an 20 Proben ein aliquoter Teil eines Standards mittlerer Konzentration eingespritzt. Weicht die für diese Lösung berechnete Konzentration um mehr als 3 % von dem ursprünglichen Wert ab, so muss das gesamte Kalibrierungsverfahren wiederholt werden.