

DIN ISO 10362-1



ICS 65.160

Einsprüche bis 2020-08-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 10362-1:2013-07

Entwurf

**Zigaretten –
Wasserbestimmung in Rauchkondensaten –
Teil 1: Gaschromatographisches Verfahren (ISO 10362-1:2019);
Text Deutsch und Englisch**

Cigarettes –

Determination of water in total particular matter from the mainstream smoke –
Part 1: Gas-chromatographic method (ISO 10362-1:2019);
Text in German and English

Cigarettes –

Dosage de l'eau dans la matière particulaire totale du courant principal de fumée –
Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 10362-1:2019);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-06-05 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien	7
6 Geräte	8
7 Durchführung	8
7.1 Untersuchungsprobe	8
7.2 Einrichten der Geräteeinheit	9
7.3 Kalibrieren des Gaschromatographen	9
7.4 Blindtest	9
7.5 Bestimmung	10
8 Alternative gaschromatographische Verfahren	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Gepackte Säulen	10
8.3 Kapillarsäulen	10
8.4 Gaschromatographische Bedingungen	10
9 Angabe der Ergebnisse	11
10 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	12
11 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Anwendung dieses Verfahrens in Verbindung mit dem Verfahren der Nikotinbestimmung	14
Literaturhinweise	15

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein Chromatogramm einer Untersuchungsprobe unter Anwendung einer Kapillarsäule	11
---	----

Tabellen

Tabelle 1 — Schätzungen auf Grund der Datenauswertung (alle Daten)	12
Tabelle 2 — Schätzungen auf Grund der Datenauswertung (Daten gepackter Säulen)	12
Tabelle 3 — Schätzungen auf Grund der Datenauswertung (Daten von Kapillarsäulen)	13

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 10362-1:2019, die vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 3696:1987	siehe	DIN ISO 3696:1991-06
ISO 4387	siehe	DIN ISO 4387
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243
ISO 10315	siehe	DIN ISO 10315
ISO 10362-2	siehe	DIN ISO 10362-2

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

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 10362-1:2013-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Kapillarsäulenverfahren als alternatives gaschromatographisches Verfahren wurde hinzugefügt;
- b) die Schätzungen für die Wiederholgrenzen (r) und die Vergleichsgrenzen (R) wurden aktualisiert;
- c) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen ; Identisch mit ISO 3696:1987*

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

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme*

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

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

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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. Einzelheiten zu Patentrechten, die während der Erarbeitung des Dokumentes identifiziert werden, werden in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patentdeklarationen (siehe www.iso.org/patents) angegeben.

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

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 *Tobacco and tobacco products* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 10362-1:1999), die technisch überarbeitet wurde. Sie enthält auch die Änderung ISO 10362-1:1999/AMD 1:2011. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- das Kapillarsäulenverfahren als alternatives gaschromatographisches Verfahren wurde hinzugefügt;
- die Schätzwerte für die Wiederholgrenzen (r) und die Vergleichsgrenzen (R) wurden aktualisiert.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 10362 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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

Dieses Dokument darf als Teil einer Normenreihe angesehen werden, die die Bestimmung des Rohkondensats und des nikotinfreien Trockenkondensats im Rohkondensat des Hauptstromrauches beschreibt. Die Reihe umfasst ISO 3308, ISO 3402, ISO 4387, ISO 8243, ISO 10315 und das vorliegende Dokument.

Anhang A informiert über die Anwendung dieses Verfahrens gleichzeitig oder in Verbindung mit dem gaschromatographischen Verfahren zur Nikotinbestimmung nach ISO 10315.

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 diesem Dokument 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 Risiken 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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung von Wasser im Rohkondensat des Hauptstromrauches. Das Abrauchen der Zigaretten und das Sammeln des Hauptstromrauches erfolgen in der Regel nach ISO 4387. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist jedoch auch anwendbar für die Wasserbestimmung im Rohkondensat des Hauptstromrauches, das nach einem nicht normgerechten Abrauchverfahren gewonnen wurde.

ANMERKUNG In Ländern, die nicht in der Lage sind, das gaschromatographische Verfahren routinemäßig anzuwenden, sollte die Wasserbestimmung im Rohkondensat des Hauptstromrauches mit dem Karl-Fischer-Verfahren (ISO 10362-2) durchgeführt werden. Die in diesen Fällen für Wasser im Rohkondensat des Hauptstromrauches erhaltenen Werte werden unter Hinzufügung einer Anmerkung bei der Angabe der Ergebnisse verwendet.

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 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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 <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Das Rohkondensat des Hauptstromrauches wird in einem Lösemittel, das einen internen Standard enthält, gelöst. Der Wassergehalt in einem aliquoten Teil der Lösung wird mittels Gaschromatographie bestimmt und der Wassergehalt des gesamten Rohkondensats des Hauptstromrauches wird errechnet.

5 Chemikalien

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 Trärgas: Helium oder Stickstoff (siehe 7.2, Anmerkung) oder Wasserstoff (siehe 8.4, Anmerkung).

5.2 Propan-2-ol: mit einem maximalen Wassergehalt von 1,0 mg/ml.

5.3 Interner Standard: Ethanol oder Methanol (Reinheit mindestens 99 %).

5.4 Extraktionsmittel: Propan-2-ol (5.2), versetzt mit einer geeigneten Konzentration internen Standards (5.3), in der Regel 1 ml/l bis 5 ml/l.

Extraktionsmittel, die außerhalb eines temperaturkontrollierten Laboratoriums aufbewahrt werden, müssen vor dem Gebrauch $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ erreicht haben.

Um die Aufnahme von Wasser zu verhindern, muss der Extraktionsmittelbehälter mit einer entsprechenden Wasserfalle versehen sein und fest verschlossen gehalten werden. Das Extraktionsmittel muss kontinuierlich gerührt werden, um die homogene Verteilung des Wassers sicherzustellen.

5.5 Referenzsubstanz, die mindestens Grade 2 nach ISO 3696:1987 entspricht.

5.6 Kalibrierlösungen

Es wird eine Reihe von mindestens vier Kalibrierlösungen hergestellt, deren Konzentrationen an zugefügtem Wasser den Bereich umfasst, in dem der Wassergehalt der Untersuchungsprobe (in der Regel bis zu 4 mg/ml) erwartet wird; hierzu werden dem Extraktionsmittel (5.4) abgewogene Mengen an Wasser (5.5) zugefügt. Eine dieser Kalibrierlösungen muss das Extraktionsmittel selbst ohne Wasserzusatz sein (Extraktionsmittel-Blindwert).

Um die Aufnahme von Wasser zu verhindern, müssen alle Extraktionsmittel verschlossen gehalten werden. Die Herstellung der Kalibrierlösungen muss unter Verwendung eines Extraktionsmittels aus derselben Charge erfolgen, die in 7.1 verwendet wird.

Es ist bekannt, dass Kalibrierlösungen bei sachgemäßer Lagerung mindestens für eine Woche stabil sind, aber das Laboratorium sollte die Stabilität der Kalibrierlösung überprüfen.

6 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden.

6.1 Gaschromatograph, ausgestattet mit Wärmeleitfähigkeitsdetektor, Schreiber und Integrator oder einem anderen geeigneten Gerät zur Verarbeitung der Messdaten.

Glasgeräte und Verschlüsse für Glasfläschchen sollten bis zur Benutzung in einem Exsikkator gelagert werden.

6.2 Säule mit einem Innendurchmesser von 2 mm bis 4 mm und einer Länge von vorzugsweise 1,5 m bis 2 m.

Stationäre Phase: Porapak Q¹ 150 µm (100 mesh) bis 190 µm (80 mesh).

Die Säule besteht vorzugsweise aus deaktiviertem Edelstahl, es dürfen auch andere Materialien wie Glas oder Nickel verwendet werden. Alternative stationäre Phasen dürfen verwendet werden (siehe Abschnitt 8).

6.3 Dispensiersystem, vorzugsweise automatisiert und geeignet, das benötigte Volumen an Extraktionsmittel (5.4) abzugeben.

Das Dispensiersystem sollte vor der Benutzung gespült werden, indem ein Extraktionsmittelvolumen von mindestens 50 ml aufgenommen und verworfen wird.

7 Durchführung

7.1 Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe wird vorbereitet, indem das Rohkondensat, das durch maschinelles Abrauchen einer bekannten Anzahl an Zigaretten gewonnen wurde, in 20 ml bei Verwendung von 44-mm-Filterscheiben oder

¹ Porapak Q ist ein Beispiel für einen Markennamen für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur als Hilfe für die Anwender dieses Dokuments und stellt keine Empfehlung des genannten Produktes durch ISO dar.

50 ml bei Verwendung von 92-mm-Filterscheiben des Extraktionsmittels (5.4) gelöst wird, wobei darauf zu achten ist, dass die Filterscheibe vollständig mit Extraktionsmittel bedeckt ist. Das Volumen darf so eingestellt werden, dass sich eine für die Kalibrierkurve (siehe 7.3) geeignete Wasserkonzentration ergibt, sofern ein ausreichendes Volumen für eine wirksame Extraktion des Rohkondensats vorhanden ist. Die Analyse sollte möglichst schnell erfolgen, wenn sich eine Lagerung aber nicht vermeiden lässt, wird die Probe zwischen 0 °C und 4 °C gelagert. Das Laboratorium sollte die Stabilität der Untersuchungsprobe überprüfen. Für das genormte Abbrauchen wird auf ISO 4387 verwiesen.

7.2 Einrichten der Geräteeinheit

Die Geräteeinheit ist zu installieren und der Gaschromatograph (6.1) ist entsprechend den Vorgaben des Herstellers in Betrieb zu nehmen. Es ist sicherzustellen, dass die Peaks für Wasser, internen Standard und Lösemitel gut getrennt werden, wobei die Analysenzeit etwa 4 min beträgt. Das System wird unmittelbar vor Gebrauch konditioniert, indem ein aliquoter Teil von 2 µl des Extraktionsmittels injiziert wird.

Geeignete Arbeitsbedingungen sind die Folgenden:

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

ANMERKUNG Alternativ, kann auch Stickstoff als Trägergas verwendet werden, wenn die Detektorempfindlichkeit ausreichend hoch ist.

7.3 Kalibrieren des Gaschromatographen

Ein aliquoter Teil (2 µl) jeder Kalibrierlösung (5.6) wird in den Gaschromatographen injiziert. Die Peakflächen des Wassers und des internen Standards (5.3) werden aufgezeichnet. Die Bestimmung wird mindestens zweimal durchgeführt.

Das Verhältnis zwischen der Fläche des Wasserpeaks und der Fläche des internen Standardpeaks wird für jede der Kalibrierlösungen unter Berücksichtigung des Extraktionsmittel-Blindwerts berechnet. Es wird der Graph der Wasserkonzentrationen in Abhängigkeit von den Flächenverhältnissen gezeichnet und aus diesen Daten wird eine lineare Regressionsgleichung der Peakflächenverhältnisse als Funktion der Wasserkonzentration berechnet.

Der gesamte Kalibrierungsvorgang wird täglich durchgeführt. Zusätzlich wird jeweils nach den Bestimmungen an 20 Proben ein aliquoter Teil eines Standards mittlerer Konzentration injiziert. Weicht die für diese Lösung berechnete Konzentration um mehr als 5 % von dem ursprünglichen Wert ab, so muss das gesamte Kalibrierungsverfahren wiederholt werden.

ANMERKUNG Wegen des Gehalts an Wasser im Extraktionsmittel verläuft die Regressionsgerade nicht durch den Nullpunkt.

Wenn der Wassergehalt des Extraktionsmittels 1,0 g/ml übersteigt, sollte die Charge verworfen werden.

7.4 Blindtest

Wegen der Wasseraufnahme von Rauchfallen und Extraktionsmitteln muss ein Wert für die Blindprobe ermittelt werden. Die Blindproben werden vorbereitet, indem zusätzliche, mit Filtern bestückte Rauchfallen (mindestens 2 Rauchfallen mit Filtern je 100 abgerauchte Zigaretten) in gleicher Weise behandelt werden wie die