

DIN ISO 13276

ICS 65.160

Einsprüche bis 2018-04-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 13276:2003-09

Entwurf

**Tabak und Tabakerzeugnisse –
Bestimmung der Nikotinreinheit –
Gravimetrisches Verfahren mittels Kieselwolframsäure (ISO 13276:2017);
Text Deutsch und Englisch**

Tobacco and tobacco products –
Determination of nicotine purity –
Gravimetric method using tungstosilicic acid (ISO 13276:2017);
Text in German and English

Tabac et produits du tabac –
Détermination de la pureté de la nicotine –
Méthode gravimétrique à l'acide tungstosilicique (ISO 13276:2017);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-02-02 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, 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 18 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien.....	5
6 Geräte.....	6
7 Durchführung.....	7
7.1 Durchführung der Fällung.....	7
7.2 Durchführung der Filtration.....	7
7.2.1 Durchführung der Filtration mit Glasfildertiegel.....	7
7.2.2 Durchführung der Filtration mit Filterpapier	7
8 Angabe der Ergebnisse	8
9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	9
10 Prüfbericht.....	9
Literaturhinweise.....	10

Nationales Vorwort

Die internationale Norm ISO 13276:2017 ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden.

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 ISO-Text.

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

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 13276:2003-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“ wurde hinzugefügt;
- b) Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde hinzugefügt;
- c) Abschnitt 9 wurde aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von ISO Technischen Komitees 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. 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.

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 zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13279:1997), die technisch mit folgenden Änderungen überarbeitet wurde:

— Abschnitt 9 wurde aktualisiert.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor dessen Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die gravimetrische Bestimmung der Nikotinreinheit unter Verwendung von Kieselwolframsäure fest.

Das Verfahren ist anwendbar für reines Nikotin oder Nikotinsalze, die bei analytischen Verfahren zur Nikotin-Bestimmung in den Bereichen Tabak, Tabakerzeugnisse und Rauchanalysen als Kalibriersubstanzen verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

In diesem Dokument gibt es keine normativen Verweisungen.

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:

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

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren beruht auf der Komplexbildung des Nikotins oder seiner Salze mit Kieselwolframsäure zu unlöslichen Nikotinsilicowolframaten. Die Bestimmung der Masse des Niederschlages erfolgt durch Filtration entweder mit einem Glasfildertiegel in Verbindung mit Trocknen im Ofen oder mit einem aschefreien Filterpapier in Verbindung mit Veraschung.

5 Reagenzien

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

5.1 Kieselwolframsäurelösung (CAS von Kieselwolframsäure: 12027-43-9).

12 g Dodeca-Kieselwolframsäure ($\text{H}_4[\text{Si}(\text{W}_3\text{O}_{10})_4] \cdot x\text{H}_2\text{O}$) werden in 100 ml Wasser gelöst.

ANMERKUNG Die Verwendung anderer Kieselwolframsäuren, wie $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 10\text{WO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ oder $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 12\text{WO}_3 \cdot 20\text{H}_2\text{O}$, ist zu vermeiden, da sie mit Nikotin keine kristallinen Niederschläge ergeben. Kieselwolframsäure mit CAS 11130-20-4 und 12027-38-2 könnte für dieses Verfahren genutzt werden, vorausgesetzt, es erfolgt eine ausreichend kristalline Ausfällung.

5.2 Salzsäurelösung, HCl, Volumenanteil von 20 %.

20 ml Salzsäure, $\rho_{20}(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$, werden mit Wasser auf 100 ml verdünnt.

5.3 Salzsäurelösung, HCl, Volumenanteil von 0,1 %.

5 ml Salzsäurelösung (5.2) werden mit Wasser auf 1 l verdünnt.

5.4 Nikotinlösung, $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2) = 0,1 \text{ mg/ml}$.

2,5 mg Nikotin ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2$) werden in Wasser unter Verwendung eines Messkolbens (6.1) gelöst und auf 25 ml mit Wasser verdünnt.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden:

6.1 Messkolben, mit einem Volumen von 25 ml.

6.2 Bechergläser, mit einem Volumen von 250 ml.

6.3 Uhrglasschalen.

6.4 Glasrührstäbe.

6.5 Exsikkator, mit einem wirkungsvollen Trockenmittel.

6.6 Geräte für das Filtrationsverfahren mit Glasfiltertiegeln.

6.6.1 Glasfiltertiegel (Gooch-Typ) der Porosität 2 (40 μm bis 100 μm).

6.6.2 Saugflasche (Büchnerkolben).

6.6.3 Vakuumquelle.

6.6.4 Trockenschrank, einstellbar auf eine Temperatur von $(120 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

6.7 Geräte für das Filtrationsverfahren mit Filterpapier.

6.7.1 Aschefreies Filterpapier¹⁾.

6.7.2 Porzellan- oder Platintiegel.

6.7.3 Gas- oder elektrischer Bunsenbrenner, geeignet, Temperaturen von über 600 $^\circ\text{C}$ zu erzeugen.

6.7.4 Ofen, einstellbar auf Temperaturen von über 600 $^\circ\text{C}$ (optional).

6.8 Analysenwaage, ablesbar auf 0,1 mg.

1) Das aschefreie Filterpapier Whatman Nr.42 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch ISO.