

DIN ISO 16632

ICS 65.160

Einsprüche bis 2022-03-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 16632:2015-12

Entwurf

**Tabak und Tabakerzeugnisse –
Bestimmung des Wassergehalts –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO 16632:2021);
Text Deutsch und Englisch**

Tobacco and tobacco products –
Determination of water content –
Gas-chromatographic method (ISO 16632:2021);
Text in German and English

Tabac et produits du tabac –
Détermination de la teneur en eau –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 16632:2021);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-01-14 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 Am DIN-Platz, 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 30 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 Reagenzien	7
6 Geräte	9
7 Probenahme	9
8 Durchführung	9
8.1 Handhabung der Probe	9
8.2 Probenvorbereitung	10
8.3 Einrichten der Geräteeinheit	10
8.4 Kalibrierung des Gaschromatographen	11
8.4.1 Durchführung	11
8.4.2 Blindversuch	11
8.4.3 Bestimmung	12
9 Angabe der Ergebnisse	12
10 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	12
11 Alternative Gaschromatographieverfahren und Vorsichtsmaßnahmen für die Analyse . .	14
11.1 Allgemeines	14
11.2 Alternative Säulen	14
11.2.1 Gepackte Säule	14
11.2.2 Kapillarsäule	15
12 Untersuchungsbericht	15
Literaturhinweise	16

Tabellen

Tabelle 1 — Herstellung von Arbeitskalibrierstandards	8
Tabelle 2 — Ergebnisse des Ringversuchs von 2002	12
Tabelle 3 — Ergebnisse des Ringversuchs von 2018	13

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 16632:2021, die vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ des DIN-Normenausschusses 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 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO/TR 22971	siehe	DIN ISO/TR 22971

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 16632:2015-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anwendungsbereich des Verfahrens wurde erweitert, um Zigarren und rauchlose Referenzerzeugnisse einzuschließen;
- b) die Tabellen für die Vergleichpräzision (R) und Wiederholpräzision (r) aus der internationalen Studie von 2018 wurden hinzugefügt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

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

DIN ISO/TR 22971, *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*

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* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 16632:2013), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- der Anwendungsbereich des Verfahrens wurde erweitert, um Zigarren und rauchlose Referenzerzeugnisse einzuschließen;
- die Tabellen für die Vergleichpräzision (R) und Wiederholpräzision (r) aus der internationalen Studie von 2018 wurden hinzugefügt.

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.

Diese korrigierte Fassung der ISO 16632:2021 enthält die folgenden Korrekturen:

- In 5.2 wurde ein Warnhinweis für den sicheren Umgang mit Methanol hinzugefügt.

Einleitung

Dieses Dokument legt ein gaschromatographisches Verfahren zur Bestimmung des Wassergehalts von Tabak und Tabakerzeugnissen fest. 2002 und 2018 durchgeführte unabhängige Ringversuche verifizierten die Anwendung dieses festgelegten Verfahrens für eine Vielzahl von Rohtabaken und Tabakerzeugnissen, wie z. B. rauchloser Tabak, Zigarettenfülltabak oder Zigarreneinlage.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein gaschromatographisches (GC-)Verfahren zur Bestimmung des Wassergehalts fest. Es ist sowohl für Rohtabak als auch für Tabak, der aus Fertigerzeugnissen entnommen wurde, anwendbar. Das Verfahren ist geeignet für Wassergehalte mit einem Massenanteil von mindestens 2 % bis 55 %.

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

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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/>

4 Kurzbeschreibung

Die Bestimmung des Wassergehalts einer Probe aus Tabak oder einem Tabakerzeugnis erfolgt durch Methanolextraktion und anschließende Kapillar-GC-Analyse mittels Nachweis über die Wärmeleitfähigkeit (TCD, engl. thermal conductivity detection) unter Verwendung von Isopropanol als internem Standard.

Wenn eine Teilchenzerkleinerung (Mahlen oder Schneiden) erfolgt, kann das zu einer Verringerung des ursprünglichen Wassergehalts führen. Um derartige Feuchteverluste zu vermeiden, dürfen Tieftemperaturverfahren angewendet werden.

5 Reagenzien

Es werden nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität verwendet.

5.1 Trägergas: Helium oder Stickstoff.

5.2 Methanol, mit einem Wassergehalt von höchstens 1,0 mg/ml.

Da Methanol hygroskopisch ist, wird empfohlen, die Flasche mit einer automatischen Abfüllpipette zu verschließen, die mit einem Trockenrohr versehen ist.

WARNUNG — Methanol ist giftig. Es besteht die Gefahr sehr ernster irreversibler Auswirkungen durch Einatmen, Hautkontakt und Verschlucken. Treffen Sie Vorsichtsmaßnahmen und lesen Sie die Material sicherheitsdatenblätter (MSDS).

5.3 Interner Standard: Isopropanol mit einer Reinheit von mindestens 99 %.

5.4 Wasser, das der Qualität 2 nach ISO 3696 entspricht, oder besser.

5.5 Extraktionslösung: Methanol (5.2), das je Liter 2,0 ml des internen Standards (5.3) enthält.

Da die Extraktionslösung hygroskopisch ist, wird empfohlen, die Flasche mit einer automatischen Abfüllpipette zu verschließen, die mit einem Trockenrohr versehen ist.

5.6 Trockenmittel: Silicagel¹, frisch aktiviert, oder andere wirksame Mittel.

5.7 Kalibrierlösungen

5.7.1 Allgemeines

Durch Zugabe gewogener Mengen Wasser (5.4) zu der Extraktionslösung (5.5) wird eine Reihe von mindestens vier Kalibrierlösungen hergestellt, deren Konzentrationen an zugesetztem Wasser den Bereich abdecken, der in der Prüfmenge erwartet wird. Eine dieser Kalibrierlösungen muss aus der Extraktionslösung ohne zugesetztes Wasser bestehen (Lösemittelblindprobe).

Um die Absorption von Wasser zu verhindern, muss der Vorratsbehälter für die Extraktionslösung mit einer Wasserfalle versehen sein und alle Lösungen müssen dicht verschlossen gehalten werden. Die Extraktionslösung muss ständig gerührt werden, um die Homogenität der Wasserkonzentration sicherzustellen. Die Kalibrierlösungen müssen mit einer Extraktionslösung hergestellt werden, die von derselben Charge stammt, wie die in 8.1 verwendete. Die Kalibrierlösungen werden in Vials überführt und unverzüglich verschlossen.

Es wird empfohlen, die Kalibrierlösungen mindestens jede Woche frisch herzustellen.

Das Standard-Herstellungsverfahren ist als Beispiel angegeben und auf die Bandbreite der Produkte in einem Ringversuch anwendbar [1].

Siehe Tabelle 1.

5.7.2 Wasserhaltige Stammlösung. 25,000 g Wasser werden in einen trockenen 500-ml-Messkolben überführt. Das Volumen wird mit Extraktionslösung (5.5) aufgefüllt und alles durchmischt.

5.7.3 Arbeitsstandardlösungen. Die festgelegten Volumina an wasserhaltiger Stammlösung (5.7.2) nach der nachstehend angeführten Tabelle werden in trockene 100-ml-Messkolben überführt, die etwa 25 ml Extraktionslösung (5.5) enthalten. Mit Extraktionslösung (5.5) wird bis zum Endvolumen aufgefüllt und alles durchmischt.

Tabelle 1 — Herstellung von Arbeitskalibrierstandards

Kalibrierstandards	Volumen der wasserhaltigen Stammlösung (ml)	Endkonzentration von Wasser (mg/ml)
1	0	0,0
2	5	2,5
3	10	5,0
4	20	10,0
5	30	15,0
6	40	20,0
7	50	25,0
8	60	30,0

1 Silicagel 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.

ANMERKUNG Beispiel-Kalibrierstandards enthalten etwa 2,0 ml internen Standard je Liter. Das Volumen der wasserhaltigen Stammlösung wird zu einem Endvolumen von 100 ml hinzugefügt.

6 Geräte

Die üblichen Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte.

Alle Glasgeräte, die bei der Vorbereitung und bei der Wasserbestimmung benutzt werden, müssen vorbereitet werden, um sämtliche Wasserrückstände zu entfernen. Volumenmessgeräte aus Glas müssen an der Luft getrocknet und bis zur Benutzung in einem Exsikkator über dem Trockenmittel (5.6) aufbewahrt werden. Alle anderen Glasgeräte müssen für mindestens 1 h auf $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ erhitzt werden, nachdem sichtbares Wasser verdampft ist. Die Glasgeräte müssen dann abgekühlt und bis zur Benutzung in einem Exsikkator über dem Trockenmittel (5.6) aufbewahrt werden.

6.1 Extraktionsgefäße, zum Beispiel mit einem Fassungsvermögen von 125 ml, trockene Serumflaschen mit Presskappen oder Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen oder gleichwertige Gefäße.

Eine sehr gute Abdichtung ist besonders wichtig, um Wasserabsorption aus der Umgebungsluft zu vermeiden.

6.2 Schüttler, vorzugsweise horizontal, doch Schwenkbewegung ist zulässig.

6.3 Einwegspritzen, versehen mit Membranfiltern mit einer Porenweite von $0,45\ \mu\text{m}$, oder vergleichbar.

6.4 Messkolben, zum Beispiel mit einem Fassungsvermögen von 100 ml und 500 ml, notwendig für die Herstellung der wasserhaltigen Stammlösung (5.7.2) und der Kalibrierstandardlösungen (5.7.3).

6.5 Gaschromatograph, ausgerüstet mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor, einem automatischen Probengeber und einem Datenerfassungssystem.

6.6 Säule, eine PLOT-Fused-Silica(Quarzglas)-Säule mit PoraPLOT U² als stationärer Phase ($20\ \mu\text{m}$ Filmdicke), 25 m Länge und mit $0,53\ \text{mm}$ Innendurchmesser hat sich als geeignet erwiesen (siehe auch Abschnitt 11).

6.7 Trockenschrank, der in der Lage ist, eine Temperatur von $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten.

7 Probenahme

Die Probenahme wird so durchgeführt, dass die Untersuchungsprobe für das Labor repräsentativ für die zu untersuchende Grundgesamtheit ist.

8 Durchführung

8.1 Handhabung der Probe

Es wird empfohlen, eine ausreichende Menge Verkaufseinheiten zu kombinieren und zu mischen, damit jede Teilprobe aus mindestens 100 g besteht. Wenn eine Teilchenzerkleinerung vorgenommen wird, sollte die Probe so geschnitten werden, dass sie ein 4-mm-Sieb passiert. Die Probe darf vor dem Schneiden mit flüssigem Stickstoff gefroren werden, wenn der absolute Feuchtegehalt von Interesse ist. Zigarettenfülltabak braucht nicht weiter zerkleinert zu werden.

2 PoraPLOT U mit einer Filmdicke von $20\ \mu\text{m}$ 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. Gleichwertige Säulen dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen, d. h. dass die Analyten und internen Standards hinreichend von Interferenzen getrennt werden.