

DIN ISO 20773



ICS 65.160

Einsprüche bis 2015-12-09

Entwurf

**Zigaretten –
Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats und des Nikotins im
Nebenstromrauch –
Verfahren unter Anwendung einer linearen Zigaretten-Abrauchmaschine
für Routineanalysen ausgestattet mit einem Fishtail-Abzug
(ISO 20773:2013)**

Cigarettes –

Determination of nicotine-free dry particulate matter and nicotine in sidestream smoke –
Method using a routine analytical linear smoking machine equipped with a fishtail chimney
(ISO 20773:2013)

Cigarettes –

Détermination de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine et de la nicotine
dans le courant secondaire de fumée –
Méthode utilisant une machine à fumer analytique de routine linéaire équipée d'une
cheminée individuelle en forme de queue de poisson (ISO 20773:2013)

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 62 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	10
5 Geräte.....	10
6 Reagenzien.....	13
7 Probenahme und Vorbereitung der Zigaretten.....	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Symbole	15
7.3 Vorbereitung der Zigaretten für den Abrauchvorgang	15
7.4 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus Zigaretten	15
7.4.1 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus einer Menge von Q Zigaretten.....	15
7.4.2 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus P Packungen	16
7.4.3 Verdoppeln von Untersuchungseinheiten	16
7.5 Markieren der Stummellänge	16
7.5.1 Standard-Stummellänge	16
7.5.2 Messung der Filterlänge.....	16
7.5.3 Messung der Belaglänge.....	17
7.5.4 Festlegung der Stummellänge auf den Zigaretten vor der Konditionierung.....	17
7.6 Konditionierung.....	17
7.7 Voruntersuchungen vor dem Abrauchen	17
8 Vorbereitungen für den Abrauchvorgang.....	18
8.1 Abrauchplan	18
8.2 Vorbereitung der Hauptstromrauch- und der Nebenstromrauchfallen sowie der Zigarettenhalter	18
8.3 Einstellen der Abrauchmaschine.....	18
8.4 Aufbau des Fishtail-Abzugs, der Nebenstromrauchfalle und der Impinger-Falle.....	18
9 Abrauchverfahren und Sammlung des Nebenstromrauchs.....	19
9.1 Vorbereitung des Fishtail-Abzugs	19
9.2 Vorbereitung der Impinger-Falle	19
9.3 Einstellen der Durchflussrate des Fishtail-Abzugs	19
9.4 Verbinden der Halter der Nebenstromrauchfallen	19
9.5 Aufzeichnung der atmosphärischen Bedingungen	19
9.6 Bestücken der Rauchmaschine.....	19
9.7 Abrauchen der Zigaretten	20
10 Bestimmung des Rohkondensats.....	20
10.1 Retention des Rohkondensats auf den Filtern.....	20
10.2 Berechnung des auf den Filtern im Nebenstromrauch zurückgehaltenen Rohkondensats	21
10.3 Behandlung des auf den Filtern im Nebenstromrauch zurückgehaltenen Rohkondensats	21

10.3.1	Extraktionsverfahren.....	21
10.3.2	Bestimmung des Nebenstromrauchtrockenkondensats der Filter	21
10.4	Extraktion des Nebenstromrauchkondensats im Fishtail-Abzug.....	22
10.5	Schätzung des Nebenstromrauchkondensats im Fishtail-Abzug.....	22
10.5.1	Allgemeines	22
10.5.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens.....	22
10.5.3	Spektralphotometrische Analyse der Extrakte des Nebenstromrauchfilters und des Fishtail-Abzugs.....	22
11	Bestimmung des Nikotins im Nebenstromrauch.....	23
11.1	Bestimmung des Nikotins im Filter des Nebenstromrauchs, N_p	23
11.2	Bestimmung des Nikotins in dem Extrakt des Fishtail-Abzugs, N_c	23
11.3	Bestimmung des Nikotins in der Impinger-Falle, N_i	24
11.4	Berechnung des Gesamtnikotins im Nebenstromrauch, N	24
12	Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch	24
12.1	Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats des Nebenstromrauchfilters	24
12.2	Bestimmung des gesamten nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch	25
13	Untersuchungsbericht	25
13.1	Allgemeines	25
13.2	Kenndaten der Zigarette.....	25
13.3	Angaben zur Probenahme.....	26
13.4	Beschreibung der Untersuchung.....	26
13.5	Untersuchungsergebnisse.....	27
14	Wiederholpräzision und Vergleichspräzision	27
Anhang A (informativ)	Abrauchpläne.....	29
A.1	Allgemeines	29
A.2	Beispiele	30
Anhang B (informativ)	Gebräuchliche Verdünnungsfaktoren für die Schätzung des Rauchkondensats im Fishtail-Abzug	33
Literaturhinweise.....		34

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 20773:2013, die im Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

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

ISO 2971	siehe	DIN ISO 2971
ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 4387	siehe	DIN ISO 4387
ISO 6488	siehe	DIN ISO 6488
ISO 6565	siehe	DIN ISO 6565
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243
ISO 13276	siehe	DIN ISO 13276
ISO 10315	siehe	DIN ISO 10315
ISO 10362-1	siehe	DIN ISO 10362-1
ISO 10362-2	siehe	DIN ISO 10362-2
ISO 13276	siehe	DIN ISO 13276

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuachließen, ist die englische Originalfassung des ISO 20773:2013 entsprechend der dabei durch ISO erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfs gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 2971, *Zigaretten und Filterstäbe — Bestimmung des Nenndurchmessers — Laserstrahl-Verfahren*

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 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen*

DIN ISO 6488, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Bestimmung des Wassergehalts — Karl-Fischer-Verfahren*

DIN ISO 6565, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Zugwiderstand von Zigaretten und Druckabfall in Filterstäben — Normbedingungen und Messung*

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme*

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

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

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

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

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

Zigaretten — Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats und des Nikotins im Nebenstromrauch — Verfahren unter Anwendung einer linearen Zigaretten- Abrauchmaschine für Routineanalysen ausgestattet mit einem Fishtail-Abzug

Einleitung

Zigaretten werden in engen Toleranzgrenzen unter Einsatz strenger Verfahren der Qualitätskontrolle hergestellt.

Jedoch entstammen die Hauptkomponenten, die bei der Herstellung verwendet werden, Naturprodukten (wie Tabak und Papier), woraus ein ungleichmäßiges Endprodukt resultiert. Die Komplexität endet hier nicht, da während des Abrauchens zudem eine Umwandlung der Zigarette in Zigarettenrauch erfolgt.

Die quantitative Bestimmung von Nikotin, des Rohkondensats und des nikotinfreien Trockenkondensats (en: nicotine-free dry particulate matter, NFDPM, gelegentlich auch „Teer“ genannt) ist deshalb von der willkürlichen Festlegung der Verfahrensparameter abhängig, die zur Raucherzeugung und Sammlung herangezogen werden. Insbesondere die Umgebungsbedingungen (z. B. Temperatur, Luftfeuchte, Luftbewegung innerhalb des Laboratoriums), unter denen die Proben konditioniert werden und der Rauch gesammelt wird, spielen eine entscheidende Rolle für die Genauigkeit der Messung.

Nebenstromrauch ist in dieser Internationalen Norm als der Rauch zu verstehen, der während des Abrauchvorgangs entsteht, mit Ausnahme des Anteils, der die Zigaretten am mundseitigen Ende (Hauptstromrauch), verlässt.

ANMERKUNG Der Nebenstromrauch unterscheidet sich vom Tabakrauch in der Umwelt (en: environmental tobacco smoke, ETS), der eine Mischung aus gealtertem und verdünntem, ausgeatmetem Hauptstromrauch und gealtertem und verdünntem Nebenstromrauch darstellt und für dessen Beurteilung das vorliegende Verfahren nicht anzuwenden ist.

Viele verschiedene Verfahren wurden eingesetzt, seit in der Wissenschaft versucht wurde, den Nikotin-, Roh- und Trockenkondensatgehalt im Nebenstromrauch zu bestimmen. Dabei kristallisierten sich Verfahren heraus, die für die Handhabung einer großen Probenanzahl zuverlässiger und geeigneter sind. Unter Berücksichtigung dieser Erkenntnisse wurden in den Jahren 1999 bis 2002 von einer Arbeitsgruppe der CORESTA (www.coresta.org) Ringversuche durchgeführt, die gezeigt haben, dass Verbesserungen der Wiederholgrenze und der Vergleichgrenze erzielt werden, wenn einige Einschränkungen bei der großen Vielfalt der Verfahren und Praktiken vorgenommen werden, auf denen die gängigen Verfahren beruhen.

Diese Internationale Norm, nach vielen Ringversuchen unter Teilnahme zahlreicher Laboratorien aus vielen Ländern erstellt, gibt die von der Arbeitsgruppe vorgeschlagenen und bestätigten Ergebnisse der Optimierung wieder und liefert eine Sammlung von Verfahren, die die anerkannten Referenzverfahren sind und deren Wiederholgrenze und Vergleichgrenze für die Bestimmungen festgelegt wurden. Die Erfahrungen der Arbeitsgruppe haben gezeigt, wie die strikte Einhaltung der detaillierten Vorgaben und Bedingungen des Verfahrens, wie auch der Erfahrungsstand des Anwenders, die Genauigkeit der Ergebnisse beeinflussen.

Weiterhin sollte das gewählte Verfahren mit den verschiedenen Bedingungen des Einstellens der Gleichgewichts- oder Zugparameter für das Abrauchen der Zigarettenproben kompatibel sein. Die ISO-Normen für die Bestimmung der Werte des Hauptstromrauchs wurden jedoch, soweit wie möglich, eingehalten, auch wenn die von den verschiedenen Laboratorien eingesetzten Maschinen allesamt lineare Abrauchsysteme waren.

Dieses Verfahren ist ein maschinelles Verfahren und ermöglicht das Abrauchen von Zigaretten unter streng überwachter Einhaltung der Parameter. So ermöglicht das Verfahren, den Nebenstromrauch-NFDPM- und Nikotingehalt von Zigaretten, die unter diesen Bedingungen abgeraucht werden, zu vergleichen und zu klassifizieren. Im Verlauf ihrer Untersuchungen zeigte die Arbeitsgruppe den Wert eines Vergleichs der analytischen Verfahren und deren Stabilität für die Ermittlung der NFDPM- und Nikotinwerte anhand des CORESTA Monitor-Prüflings.

Weil die NFDPM- und Nikotinbestimmungen im Nebenstromrauch naturgemäß komplexer und schwieriger durchzuführen sind als deren Analyse im Hauptstromrauch ist es sehr zu empfehlen, einen Monitor-Prüfling in die Abrauchpläne mit einzubeziehen, wie es auch bei den Messungen im Hauptstromrauch der Fall ist. Für diesen Zweck ist es möglich, den CORESTA-Monitor oder jeden anderen als internen Standard eingesetzten Monitor zu verwenden. Die Verwendung eines international anerkannten Monitors wird empfohlen.

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Norm ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte angewendet werden. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm ist für die Bestimmung des Rohkondensats und für die nachfolgende Messung des vorhandenen Nikotins und nikotinfreiem Trockenkondensats im Nebenstromrauch von Zigaretten anwendbar. Das beschriebene Verfahren ist für die in der ISO 3308 enthaltenen Abrauchparameter (Zugvolumen, -dauer und -frequenz) und der Stummellänge festgelegt, ist aber auch technisch mit anderen Abrauchverfahren umsetzbar.

ANMERKUNG Das Verfahren darf nicht direkt für andere Nebenstromrauch-Komponenten angewendet 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 2971, *Cigarettes and filter rods — Determination of nominal diameter — Method using a non-contact optical measuring apparatus*

ISO 3308, *Routine analytical cigarette-smoking machine — Definitions and standard conditions*

ISO 3402, *Tobacco and tobacco products — Atmosphere for conditioning and testing*

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

ISO 6488, *Tobacco and tobacco products — Determination of water content — Karl Fischer method*

ISO 6565, *Tobacco and tobacco products — Draw resistance of cigarettes and pressure drop of filter rods — Standard conditions and measurement*

ISO 10315, *Cigarettes — Determination of nicotine in smoke condensates — Gas-chromatographic method*

ISO 10362-1, *Cigarettes — Determination of water in smoke condensates — Part 1: Gas-chromatographic method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Rohkondensat im Nebenstromrauch

Anteil des Nebenstromrauches, der in der Nebenstromrauchfalle aufgefangen wird, zusammen mit dem Anteil des Nebenstromrauches, der an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensiert

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.2

Trockenkondensat im Nebenstromrauch

Trockenkondensat im Nebenstromrauch besteht aus der Summe des in der Nebenstromrauchfalle aufgefangenen Rohkondensats abzüglich des Wassergehalts zuzüglich dem geschätzten, an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten nikotinfreien Trockenkondensats (diese Angabe erfolgt durch ein im weiteren Verlauf des Textes beschriebenes UV-Absorptionsverfahren), zuzüglich des an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten Nikotins

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.3

Nikotinfreies Trockenkondensat im Nebenstromrauch

Trockenkondensat im Nebenstromrauch nach Abzug des Nikotingehalts

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.4

Nikotin im Nebenstromrauch

Summe des an der Wand des Fishtail-Abzugs kondensierten Nikotins, aus dem in der Nebenstromrauchfalle gesammelten Nikotins und aus dem in der Impinger-Falle gesammelten Nikotins

Anmerkung 1 zum Begriff: Angegeben in Milligramm je Zigarette.

3.5

Abrauchvorgang

Abrauchen von Zigaretten vom Anzünden bis zum letzten Zug unter Verwendung einer Abrauchmaschine

3.6

Abrauchgang

bestimmter Abrauchvorgang zur Erzeugung von genügend Nebenstromrauch aus einer Zigarettenprobe, wie für die Bestimmung der Rauchbestandteile notwendig ist

3.7

Laborprobe

Probe, die für Laboruntersuchungen oder Prüfungen bestimmt ist und die für die Sammelprobe oder die Teilprobe eines Zeitraums repräsentativ ist

3.8

Untersuchungsprobe

Zigaretten für Untersuchungen, die nach dem Zufallsprinzip der Laborprobe entnommen wurden und die repräsentativ sind für alle Einzelproben, die die Laborprobe ausmachen

3.9

Konditionierungsprobe

aus der Untersuchungsprobe ausgewählte Zigaretten, die vor der Untersuchung auf Kondensat und Nikotin im Nebenstromrauch konditioniert werden

3.10

Untersuchungseinheit

Gruppe von Zigaretten, die für eine Einzelbestimmung vorbereitet werden und die eine nach dem Zufallsprinzip ausgewählte Probe der Untersuchungsprobe oder Konditionierungsprobe darstellen

3.11

Monitor-Prüfling

für eine bestimmte Prüfung hergestellte Probe, die für Verwendung im Labor vorgesehen ist, validiert, dass sie die Anforderungen im Rahmen der festgelegten Toleranzen erfüllt, und deutlich gekennzeichnet, dass sie nicht für den Konsum durch Menschen vorgesehen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Monitor-Prüfling ist eine Probe, die aus einem Los von Zigaretten entnommen wurde und die größtmögliche Homogenität in Bezug auf die physikalischen, chemischen und rauchmengenspezifischen Eigenschaften aufweist.

4 Kurzbeschreibung

- Probenahme der zu untersuchenden Zigaretten.
- Konditionieren der zu untersuchenden Zigaretten.
- Abrauchen der zu untersuchenden Zigaretten auf einer Abrauchmaschine nach ISO 3308, mit Ausnahme der Festlegungen zur Luftgeschwindigkeitskontrolle, und ausgerüstet mit einem Fishtail-Abzug, einem Glasfaserfilter und einer Impinger-Falle für jeden Kanal.
- Simultanes Sammeln des Rohkondensats im Nebenstromrauch an den Wänden des Fishtail-Abzugs und in einem Filter und Auffangen des Nikotins der Gasphase im Nebenstromrauch in einer Impinger-Falle.
- gravimetrische Bestimmung der Masse des in dem Filter gesammelten Rohkondensats im Nebenstromrauch.
- Extraktion des Rohkondensats im Nebenstromrauch von dem Filter zur Bestimmung des Wasser- und Nikotingehalts mittels Gaschromatographie.
- Schätzung des an den Wänden des Fishtail-Abzugs kondensierten nikotinfreien Trockenkondensats im Nebenstromrauch mittels eines UV-Absorptionsverfahrens.
- Gaschromatographische Bestimmung des im Filter gesammelten Wassers.
- Gaschromatographische Bestimmung des im Fishtail-Abzug, im Filter und in der Impinger-Falle gesammelten Nikotins.

ANMERKUNG In Ländern, in denen keine gaschromatographischen Verfahren zur Verfügung stehen, sollte ISO 3400 für die Bestimmung der Gesamtalkaloide herangezogen werden. Die Bestimmung des Wassers im Rauchkondensat sollte mit dem in ISO 10362-2 beschriebenen Karl-Fischer-Verfahren durchgeführt werden. Die in diesen Fällen für Nikotin und Wasser im Rauchkondensat erhaltenen Werte können unter Hinzufügen einer Anmerkung bei der Angabe der Ergebnisse verwendet werden.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden:

5.1 Fishtail-Abzug¹⁾, aus Glas hergestellt, Aufbau und Maße sind in Bild 1 dargestellt.

¹⁾ Bezugsquellen für Fishtail-Abzüge können beim ISO/TC 126 erfragt werden.

Maße in Millimeter

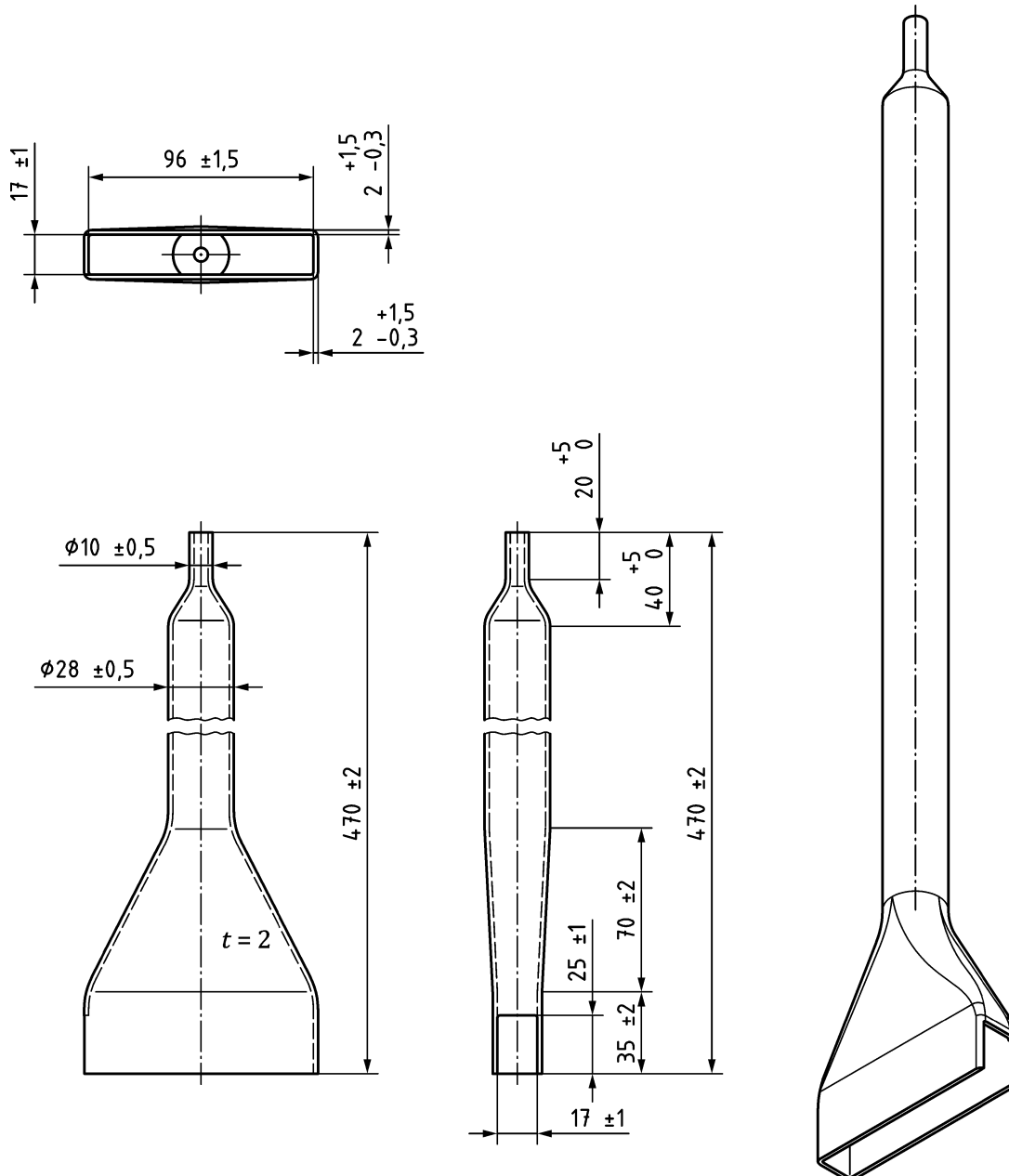
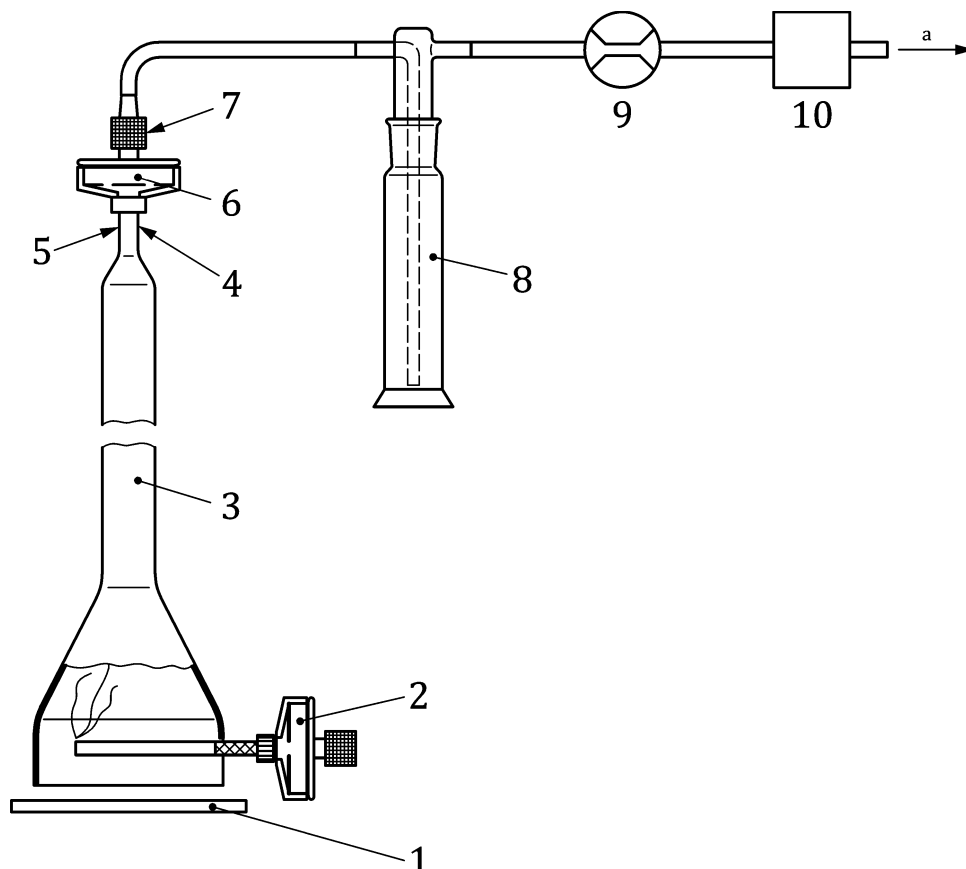


Bild 1 — Maße des Fishtail-Abzugs

5.2 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen, abgeändert, um einen Fishtail-Abzug installieren zu können und den Anforderungen nach ISO 3308, mit Ausnahme der Festlegungen zur Kontrolle der Luftgeschwindigkeit, zu entsprechen. Unterhalb eines jeden Kanals muss eine Platte mit einer Mindestlänge von 120 mm und einer Mindestbreite von 50 mm befestigt werden. Diese Platte ist so anzubringen, dass die ganze Öffnung am Boden des Fishtail-Abzugs abgedeckt ist, wie in Bild 2 dargestellt.

5.3 Impinger-Fallen, Drechsel-Gaswaschflasche, 100 ml oder 125 ml, mit offenem Ansatzrohr. Ein Beispiel wird in Bild 2 dargestellt.



Legende

- 1 Horizontale Platte
- 2 Hauptstromrauchfalle und Zigarettenhalter
- 3 Fishtail-Abzug
- 4 Kalibrierungsstelle der Durchflussmessung
- 5 Druck- und Vakuumrohr
- 6 Nebenstromrauchfalle
- 7 Schnellverbindung
- 8 Drechsel-Gaswaschflasche
- 9 Durchflussmessgerät
- 10 Durchflussregler
- ^a Zur Pumpe.

Bild 2 —Sammelsystem des Nebenstromrauchs mit angebrachter Impinger-Falle

5.4 Vakuumpumpe oder Pumpen und Vorrichtungen zur Durchflusskontrolle, sind geeignet, einen Luftstrom von 3 l/min durch jeden Fishtail-Abzug und die Sammelreihe aufrechtzuerhalten.

5.5 PVC-Rohr, mit etwa 8 mm Innendurchmesser und 11 mm Außendurchmesser, um die Nebenstromrauchfalle, die Impinger-Falle, das in Reihe geschaltete Durchflussmessgerät, den Durchflussregler und die Vakuumpumpe zu verbinden.

5.6 Durchflusskontroll- und Regelsystem eines jeden Kanals, bestehend aus einem in Reihe geschalteten, kontinuierlich messenden Durchflussmessgerät, mit dem die Flussrate mit einer Auflösung von 0,2 l/min überwacht werden kann und dem eine Durchfluss-Feinregeleinheit nachgeschaltet ist.

5.7 Primäres Durchflussmessinstrument, geeignet zur genauen Messung einer Durchflussrate von $(3 \pm 0,1)$ l/min und dient zur Einstellung des Luftstroms in jedem Fishtail-Abzug vor einem Abrauchgang. Da dies eine grundlegende Messung ist, sollte das Durchflussmessgerät die Zeit messen, die benötigt wird, um ein bekanntes Volumen durchzuleiten.

5.8 Netzmittel-Lamellenbürette oder alternatives Verdrängungs-Durchflussmessgerät, geeignet zur Messung eines verdrängten Volumens von mindestens dem erwünschten Zugvolumen, mit einer Genauigkeit von $\pm 0,2$ ml und einer Auflösung von 0,1 ml.

5.9 Gerät zur Bestimmung der Zugdauer und -frequenz.

5.10 Analysenwaage, mit einer Auflösung von 0,1 mg.

5.11 Zugwiderstandsmessgerät, wie in ISO 6565 festgelegt.

5.12 Konditionierungskammer, mit der das Klima nach den in ISO 3402 festgelegten Bedingungen sorgfältig aufrechterhalten wird.

5.13 Vorrichtung zur Längenmessung, geeignet zur Messung auf 0,5 mm.

5.14 Gerät zur Durchmesserbestimmung, nach ISO 2971.

5.15 Filterhalter-Abdichtvorrichtung, Abschlusskappen, aus dem gleichen nichthygroskopischen und chemisch inerten Material wie der Filterhalter hergestellt.

5.16 Handschuhe, aus Baumwolle oder ungepuderte chirurgische Handschuhe.

5.17 Barometer, geeignet zum Messen des Umgebungsluftdrucks auf 0,1 kPa.

5.18 Laborschüttler, geeignet zum Schütteln bei etwa $3,3 \text{ s}^{-1}$ (200 U/min).

5.19 UV-Spektralphotometer, vorzugsweise mit einem Fraktionssammler (Batch Sampler) ausgerüstet.

6 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von bekannter Analysenreinheit zu verwenden.

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

6.2 Interner Standard für die Nikotinanalyse, *n*-Heptadecan oder Chinaldin (mit einer Reinheit von mindestens 99 %).

ANMERKUNG Es dürfen auch Carvon, *n*-Octadecan 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, wie in ISO 10315 beschrieben.

6.3 Interner Standard für die Wasseranalyse, getrocknetes Ethanol oder Methanol (mit einer Reinheit von mindestens 99 %).

6.4 Extraktionslösung, Propan-2-ol (6.1) versetzt mit einer geeigneten Massenkonzentration interner Standards; diese liegen in der Regel zwischen 0,2 mg/ml und 0,5 mg/ml für Nikotin und 3,75 ml/l bis 5 ml/l für Wasser.

In einem ohne Temperaturkontrolle betriebenen Labor muss vor Verwendung des dort gelagerten Lösemittels ein Gleichgewichtszustand von $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ eingestellt werden. Um Wasserabsorption zu verhindern, muss der Vorratsbehälter des Lösemittels mit einer Wasserfalle ausgestattet werden und alle Lösungen müssen dicht verschlossen werden. Um eine homogene Verteilung des Wassers im Lösemittel sicherzustellen, muss das Lösemittel ständig gerührt werden.

6.5 Referenzsubstanz, Nikotin (CAS: 54-11-5) mit bekannter Reinheit von mindestens 98 %.

Die Substanz ist zwischen 0°C und 4°C und unter Lichtausschluss aufzubewahren.

Nikotinsalicylat (CAS: 29790-52-1) mit bekannter Reinheit von mindestens 98 % darf auch verwendet werden.

ANMERKUNG Die Reinheit von Nikotin und Nikotinsalicylat darf nach ISO 13276 oder einem anderen validierten Verfahren überprüft werden.

6.6 Referenzsubstanz für Wasser, destilliertes oder entionisiertes Wasser.

6.7 Kalibrierlösungen für Nikotin und Wasser in den Filtern des Nebenstromrauchs

Die Substanz ist zwischen 0°C und 4°C und unter Lichtausschluss aufzubewahren.

Wenn Lösemittel und Lösungen bei niedrigen Temperaturen aufbewahrt werden, muss vor Verwendung ein Gleichgewichtszustand von $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ eingestellt werden.

6.7.1 Nikotinkalibrierlösung

Das Nikotin (6.5) ist in der Extraktionslösung (6.4) zu lösen, um damit eine Reihe von mindestens vier Kalibrierstandards für Nikotin herzustellen, deren Konzentrationen den zu erwartenden Bereich in der Untersuchungseinheit (üblicherweise 0,2 mg/ml bis 0,8 mg/ml) abdecken.

6.7.2 Wasserkalibrierlösung

Eine Reihe von mindestens fünf Kalibrierlösungen ist herzustellen, deren Konzentrationen an zugesetztem Wasser den zu erwartenden Bereich in der Untersuchungseinheit (üblicherweise 0,2 mg/ml bis 0,8 mg/ml) durch Zugabe von gewogenen Wasseranteilen (6.6) zu der Extraktionslösung (6.4) abdecken. Eine dieser Kalibrierlösungen muss die Extraktionslösung ohne hinzugefügtes Wasser sein.

Die Kalibrierlösungen müssen vom gleichen Ansatz einer Extraktionslösung, die für die Extraktion der Untersuchungseinheit verwendet wurde, hergestellt werden. Es wird empfohlen, die Kalibrierlösungen für Wasser mindestens einmal pro Woche neu herzustellen.

6.8 Kalibrierlösungen für Nikotin im Fishtail-Abzug und in der Impinger-Falle

Die Lösungen sind mit jedem Ansatz der Extraktionslösung (6.4) frisch herzustellen.

Eine Reihe von mindestens fünf Kalibrierstandards ist für Nikotin herzustellen, deren Konzentrationen den zu erwartenden Bereich der Untersuchungseinheit im Fishtail-Abzug und der Impinger-Falle (0,01 mg/ml bis 0,2 mg/ml) abdecken. Diese Lösungen sind zwischen 0°C und 4°C und unter Lichtausschluss aufzubewahren.

Wenn Lösemittel und Lösungen bei niedrigen Temperaturen aufbewahrt werden, muss vor Verwendung ein Gleichgewichtszustand von $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ eingestellt werden.

7 Probenahme und Vorbereitung der Zigaretten

7.1 Allgemeines

Eine Laborprobe (siehe 3.7) wird mittels eines geeigneten Probenahmeschemas bereitgestellt. Eine Anleitung dafür ist in ISO 8243 enthalten.

7.2 Symbole

Die in Tabelle 1 aufgelisteten Symbole werden in 7.3, 7.4 und 8.1 verwendet.

Tabelle 1 — Verwendete Symbole

Symbol	Variable
N	Die abzurauchende Anzahl Zigaretten
C	Multiplikativer Faktor, größer als 1, der es erlaubt, Fehlmengen infolge von Beschädigung oder Auswahlverfahren zwischen dem Beginn der Probenahme und dem Abrauchen auszugleichen.
n	Anzahl der Wiederholbestimmungen des Rohkondensats im Nebenstromrauch.
q	Anzahl der Zigaretten, deren Rauch in derselben Nebenstromrauchfalle aufgefangen wird.
P	Anzahl verfügbarer Zigarettenpackungen.
Q	Anzahl aller verfügbaren Zigaretten (Laborprobe, siehe 3.7).

7.3 Vorbereitung der Zigaretten für den Abbrauchvorgang

Sind N Zigaretten abzurauchen, sollten $C \times N$ Zigaretten aus Q zur Konditionierung und zur Markierung der Stummellänge vorbereitet werden. Der multiplikative Faktor C beträgt üblicherweise mindestens 1,2, um bei eventuell schadhafte Zigaretten auf zusätzliche zurückgreifen zu können. Wenn eine Auswahl nach Masse oder Zugwiderstand (oder jedem anderen Parameter) auf Grund der Art der zu untersuchenden Fragestellung notwendig ist, darf die Auswahl nicht als Verfahren zur Reduzierung der Anzahl abzurauchender Zigaretten betrachtet werden. Daher muss C in Abhängigkeit des Auswahlprozesses wesentlich größer gewählt werden (erfahrungsgemäß 2,0 bis 4,0).

ANMERKUNG Die in diesem Verfahren dargestellten Präzisionsdaten basieren auf acht Wiederholungen von drei Zigaretten. Jede Reduzierung der Anzahl der Wiederholungen beeinflusst die Präzision. Es ist nicht empfehlenswert, weniger als fünf Wiederholungen durchzuführen.

Die N abzurauchenden Zigaretten werden in $n = N/q$ Bestimmungen untersucht, wenn q Zigaretten auf eine Rauchfalle abgeraucht werden. Soweit möglich, sollten diese n Bestimmungen verschiedenen Untersuchungseinheiten der Untersuchungsprobe entsprechen. Die Auswahl jeder Untersuchungseinheit hängt von der Art der Untersuchungsprobe ab.

7.4 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus Zigaretten

7.4.1 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus einer Menge von Q Zigaretten

Wenn die Untersuchungsprobe eine einheitliche Menge, bestehend aus Q Zigaretten darstellt, sollten $C \times N$ Zigaretten willkürlich entnommen werden, sodass jede Zigarette mit der gleichen Wahrscheinlichkeit gewählt werden kann.

7.4.2 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus P Packungen

Wenn die Untersuchungsprobe aus P Packungen besteht, hängt das Auswahlverfahren von der Anzahl an Zigaretten je Packung (Q/P) verglichen mit q ab.

Wenn $Q/P \geq C \times q$, wird eine Untersuchungseinheit durch willkürliche Entnahme einer einzelnen Packung gewählt, und es werden dann willkürlich $C \times q$ Zigaretten aus dieser Packung entnommen.

Wenn $Q/P < C \times q$, wird die kleinste Anzahl an Packungen, k , gewählt, sodass sich

$$Q \times k / P \geq C \times q$$

ergibt. Dann wird eine gleiche (oder so gleich wie mögliche) Anzahl von Zigaretten willkürlich jeder Packung entnommen und so die Untersuchungseinheit $C \times q$ Zigaretten gebildet.

7.4.3 Verdoppeln von Untersuchungseinheiten

Vorausgesetzt, die Untersuchungsprobe ist groß genug, ($\geq 2 C \times N$), empfiehlt es sich, einen zweiten Satz von n Untersuchungseinheiten vorrätig zu halten. In diesem Fall wäre die parallele Auswahl einer Untersuchungseinheit und deren Doppelprobe sinnvoll. In diesem Fall müssten die beiden Auswahlbedingungen nach 7.4.2 geändert werden in:

$$Q/P \geq 2 C \times q \text{ und } Q/P < 2 C \times q$$

7.5 Markieren der Stummellänge

7.5.1 Standard-Stummellänge

Die Standard-Stummellänge, die an Zigaretten anzuzeichnen ist, muss die größte der folgenden drei Längen sein:

- 23 mm;
- Filterlänge + 8 mm;
- Belaglänge + 3 mm.

Dabei ist der Belag definiert als jede mögliche Umhüllung, die am Mundstückende der Zigarette angebracht wurde und die Länge des Filters ist definiert als Gesamtlänge der Zigarette abzüglich der Länge des Tabakstrangs.

ANMERKUNG Die Stummellänge ist in ISO 3308 definiert als die Länge der nicht abgebrannten Zigarette, die zum Zeitpunkt des Beendens des Abrauchvorganges verbleibt.

7.5.2 Messung der Filterlänge

Die Filterlänge, wie in 7.5.1 definiert, muss der Mittelwert von Filtern aus 10 Zigaretten sein, die der Laborprobe entnommen wurden und mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5$ mm gemessen wurden. Der Mittelwert muss auf mindestens 0,5 mm angegeben werden.

ANMERKUNG In manchen Fällen kann es erforderlich sein, Messungen an mehr als 10 Zigaretten durchzuführen. Wird allerdings nachgewiesen, dass die Filterlänge nur geringfügig schwankt, so kann eine kleinere Anzahl an Messungen ausreichen.

7.5.3 Messung der Belaglänge

Die Belaglänge, wie in 7.5.1 definiert, muss der Mittelwert von 10 Belägen sein, die der Laborprobe entnommen wurden und mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5$ mm gemessen wurden. Der Mittelwert muss auf mindestens 0,5 mm angegeben werden.

ANMERKUNG In manchen Fällen kann es erforderlich sein, Messungen an mehr als 10 Zigaretten durchzuführen. Wird allerdings nachgewiesen, dass die Belaglänge nur geringfügig schwankt, so kann eine kleinere Anzahl an Messungen ausreichen.

7.5.4 Festlegung der Stummellänge auf den Zigaretten vor der Konditionierung

Eine dünne Linie ist mit einem feinen weichen Filzstift an der Standard-Stummellänge mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5$ mm, ausgehend vom Mundstückende der entsprechenden Zigarettenmarke, zu ziehen.

Um Beschädigungen der Zigaretten zu vermeiden, sollte das Anzeichnen der Stummellänge vorsichtig erfolgen. Zigaretten, die während des Anzeichnens eingerissen oder durchstoßen wurden, oder defekte Zigaretten, die während des Anzeichnens gefunden werden, müssen ausgemustert und gegen Reservezigaretten aus der Untersuchungseinheit ausgetauscht werden.

Wenn die Zigaretten auf einer Abrauchmaschine abgeraucht werden, an der die Stummellänge in Übereinstimmung mit 7.5.1 eingestellt werden kann, so brauchen die Stummellängen auf den Zigaretten selbst nicht angezeichnet zu werden.

7.6 Konditionierung

Die Untersuchungseinheiten sind im Konditionierungsklima nach ISO 3402 für mindestens 48 h und maximal für 10 Tage zu konditionieren.

Werden Proben aus irgendeinem Grund vor dem Konditionieren länger als 10 Tage aufbewahrt, müssen sie in der Originalpackung oder in luftdichten Behältern, die gerade groß genug für die Proben sind, gelagert werden.

Das Prüfklima im Laboratorium, in dem das Abrauchen erfolgt, muss ebenfalls mit ISO 3402 übereinstimmen.

Die Untersuchungseinheiten sind in luftdichten Behältern (gerade groß genug für die Probe) in das Rauchlaboratorium zu befördern, es sei denn, das Rauchlaboratorium und der Konditionierungsort grenzen unmittelbar aneinander und besitzen ein identisches Klima.

7.7 Voruntersuchungen vor dem Abrauchen

Die folgenden Daten können für den Untersuchungsbericht erforderlich sein:

- a) Gesamtlänge der Zigarette;
- b) Nenndurchmesser, bestimmt nach ISO 2971;
- c) Zugwiderstand der Zigarette, bestimmt nach ISO 6565;
- d) mittlere Masse der konditionierten Zigarette, die für den Abrauchvorgang ausgewählt wurde, in Milligramm je Zigarette;
- e) Wassergehalt, als Massenanteil in Prozent, der konditionierten Zigaretten nach ISO 6488.

8 Vorbereitungen für den Abrauchvorgang

8.1 Abrauchplan

Ein Abrauchplan ist zu wählen; Beispiele enthält Anhang A.

Der Plan sollte die Anzahl der Zigaretten enthalten, die in jede Rauchfalle abzurauchen sind, q .

8.2 Vorbereitung der Hauptstromrauch- und der Nebenstromrauchfallen sowie der Zigarettenhalter

Bei allen Untersuchungsschritten muss der Durchführende durch Tragen von Handschuhen aus geeignetem Material Verunreinigungen durch Fingerkontakt vermeiden.

Die Hauptstromrauchfallen und die Zigarettenhalter sind nach ISO 3308 vorzubereiten.

In die Nebenstromrauchfalle sind die Filter, die mindestens 12 h im Prüfklima konditioniert wurden, so einzusetzen, dass die raue Seite des Filters in Richtung des anströmenden Rauchs weist. Nach dem Zusammensetzen ist der Filterhalter auf einen einwandfreien Sitz des konditionierten Filters zu überprüfen.

Die zusammengebauten Nebenstromrauchfallen sind auf 0,1 mg zu wiegen. Aufgrund der möglichen Wasserabsorption durch die Rauchfallen und das Lösemittel muss ein Wert für die Blindprobe bestimmt werden. Die Blindproben sind vorzubereiten, indem zusätzliche Rauchfallen in gleicher Weise behandelt werden, wie das zum Sammeln des Rauches geschieht.

8.3 Einstellen der Abrauchmaschine

Die Abrauchmaschine ist nach ISO 4387 einzustellen.

8.4 Aufbau des Fishtail-Abzugs, der Nebenstromrauchfalle und der Impinger-Falle

Jeder Fishtail-Abzug muss über einem höhenverstellbaren Befestigungsblock so angebracht werden, dass er sicher befestigt ist. In Abhängigkeit vom Rauchmaschinentyp und dem Grad der vorhandenen Automatisierung darf der Befestigungsblock manuell oder automatisch angehoben oder abgesenkt werden. In seiner abgesenkten Position muss der Boden des Fishtail-Abzugs einen Abstand von 6 mm von der waagerechten Platte der Abrauchmaschine haben. Für einen geeigneten Zugang zum Einstecken der Zigaretten und zum Entfernen der gelöschten Stummel muss die angehobene Position eine ausreichende Höhe haben.

ANMERKUNG Zum Anzünden der Zigaretten kann eine dazwischenliegende Position eingenommen werden, wobei der Fishtail-Abzug so nahe wie möglich bei den Zigaretten verbleibt. Ein Abstand von etwa 60 mm über der waagerechten Platte hat sich als geeignet erwiesen.

Der Halter der Nebenstromrauchfalle ist an der Spitze des Fishtail-Abzugs mit Hilfe eines geeigneten Anschlusses oder einem kurzen Stück Vakuumschlauch zu befestigen.

Der Einlass der Impinger-Falle des Nebenstromrauchs wird mit dem Halter des Filters durch einen flexiblen Schlauch verbunden. Dieser sollte so kurz wie möglich sein und sollte aus Polyvinylchlorid oder, vorzugsweise aus Polyethylenpolymer bestehen. Ein Gummi- oder Silikongummischlauch darf nicht verwendet werden, weil er Nikotin aus der Gasphase absorbieren kann. Die Impinger-Falle des Nebenstromrauchs muss von einer geeigneten Klemm- oder Bügelschelle gehalten werden. Es ist günstig, die Impinger-Falle an den Montageblock des Fishtail-Abzugs anzubringen. Der Auslass der Impinger-Falle ist durch einen flexiblen Schlauch mit dem Vakuumsystem zu verbinden.

9 Abrauchverfahren und Sammlung des Nebenstromrauchs

9.1 Vorbereitung des Fishtail-Abzugs

Jeder Fishtail-Abzug ist in seiner niedrigen Position zu sichern, wobei der Abstand von der waagerechten Platte mit einem geeigneten 6-mm-Abstandhalter gemessen wird. Der Fishtail-Abzug ist anschließend auf seine obere Position anzuheben.

9.2 Vorbereitung der Impinger-Falle

In jede Impinger-Falle sind 40 ml Propan-2-ol, die den internen Standard enthalten, einzufüllen, und der Einlass mit dem Halter der Nebenstromrauchfalle durch ein kurzes Schlauchstück zu verbinden. Der Auslass jeder Impinger-Falle ist mit dem dazugehörigen Vakuumsystem zu verbinden.

Die Eintauchtiefe des Führungsrohrs der Impinger-Falle in das Lösemittel muss mindestens 36 mm betragen.

9.3 Einstellen der Durchflussrate des Fishtail-Abzugs

Die Vakuumpumpen werden eingeschaltet. Mittels des angeschlossenen Rotameters und der Nadelventile ist der Durchfluss durch jeden Halter der Nebenstromrauchfalle und der angeschlossenen Impinger-Falle auf $(3,0 \pm 0,1)$ l/min unter Verwendung eines geeigneten Hauptdurchflussmessgeräts, das am Einlass des Halters der Nebenstromrauchfalle angebracht ist, einzustellen. Die Vakuumpumpen werden ausgeschaltet.

Wenn eine Netzmittel-Lamellenbürette verwendet wird, kann die Nebenstromrauchfalle während der Einstufung des Durchflusses Wasser absorbieren und sollte deshalb, bevor der Abrauchvorgang beginnt, erneut gewogen werden.

Dieser Vorgang sollte so schnell wie möglich durchgeführt werden, um ein Verdampfen des Lösemittels aus den Impinger-Fallen so gering wie möglich zu halten.

9.4 Verbinden der Halter der Nebenstromrauchfallen

Jede Nebenstromrauchfalle ist mittels eines kurzen Vakuumschlauchstücks oder einer geeigneten Verbindung fest an seinen Fishtail-Abzug anzuschließen.

9.5 Aufzeichnung der atmosphärischen Bedingungen

Die Temperatur und die relative Luftfeuchte des Labors, in dem das Abrauchen erfolgt, sind zu messen und der Luftdruck aufzuzeichnen.

9.6 Bestücken der Rauchmaschine

Die konditionierten Zigaretten sind so in die Zigarettenhalter einzusetzen, dass die in ISO 3308 festgelegte Einstecktiefe (9 mm) eingehalten wird. Jegliche Undichtigkeiten oder Deformationen sind zu vermeiden. Alle Zigaretten mit offensichtlichen Mängeln oder beim Einsetzen beschädigte Zigaretten müssen verworfen und durch konditionierte Reservezigaretten ersetzt werden.

Es ist sicherzustellen, dass die Zigaretten korrekt angeordnet sind, so dass der Winkel, der durch die Längsachse der Zigarette und die waagerechte Platte gebildet wird, so klein wie möglich ist. 10° dürfen nicht überschritten werden, wenn die Mitte des Stummelendes niedriger ist als die Mitte des anderen Endes und 5°, wenn die Mitte des Stummelendes höher ist als die Mitte des anderen Endes.