

DIN ISO 20774



ICS 65.160

Einsprüche bis 2015-12-09

Entwurf

**Zigaretten –
Bestimmung des Kohlenstoffmonoxids im Nebenstromrauch –
Verfahren unter Verwendung einer linearen Zigaretten-Abrauchmaschine
für Routineanalysen ausgestattet mit einem Fishtail-Abzug
(ISO 20774:2013)**

Cigarettes –

Determination of carbon monoxide in sidestream smoke –

Method using a routine analytical linear smoking machine equipped with a fishtail chimney
(ISO 20774:2013)

Cigarettes –

Détermination du monoxyde de carbone 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 20774:2013)**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 58 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	9
5 Geräte.....	10
6 Reagenzien.....	13
7 Probenahme und Vorbereitung der Zigaretten.....	13
7.1 Allgemeines	13
7.2 Symbole	13
7.3 Vorbereitung der Zigaretten für den Abrauchvorgang	14
7.4 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus Zigaretten	14
7.4.1 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus einer Menge von Q Zigaretten.....	14
7.4.2 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus P Packungen	14
7.4.3 Verdoppeln von Untersuchungseinheiten	15
7.5 Markieren der Stummellänge	15
7.5.1 Standard-Stummellänge	15
7.5.2 Messung der Filterlänge.....	15
7.5.3 Messung der Belaglänge.....	15
7.5.4 Festlegung der Stummellänge auf den Zigaretten vor dem Konditionieren	16
7.6 Konditionierung.....	16
7.7 Voruntersuchungen vor dem Abrauchen	16
8 Vorbereitungen für den Abrauchvorgang.....	17
8.1 Abrauchplan	17
8.2 Vorbereitung der Hauptstrom- und Nebestromrauchfallen sowie der Zigarettenhalter	17
8.3 Einstellen der Abrauchmaschine.....	17
8.4 Aufbau des Fishtail-Abzugs und der Nebestromrauchfalle.....	17
8.4.1 Allgemeines	17
8.4.2 Kalibrierverfahren.....	17
8.4.3 Alternatives Kalibrierverfahren	18
9 Abrauchverfahren und Sammlung des Nebestromrauchs.....	18
9.1 Vorbereitung des Fishtail-Abzugs	18
9.2 Einstellung der Durchflussrate des Fishtail-Abzugs.....	18
9.3 Verbinden der Halter der Nebestromrauchfallen	18
9.4 Aufzeichnung der atmosphärischen Bedingungen	18
9.5 Bestücken der Rauchmaschine.....	19
9.6 Abrauchen der Zigaretten	19
10 Bestimmung des Kohlenstoffmonoxids.....	20
10.1 Allgemeine Kurzbeschreibungen	20
10.1.1 Parameter.....	20

10.1.2	Online-Verfahren.....	20
10.1.3	Offline-Verfahren (Gasbeutel-Sammlung)	20
10.2	Berechnung der CO-Werte mittels eines Offline-Systems (Beutelsammlung).....	20
10.3	Berechnung von Kohlenstoffmonoxid mit einem Online-Messwerterfassungssystem (kontinuierlicher Durchfluss)	21
11	Zusammenfassung der anderen Berechnungen bei der Untersuchungsprobe	23
12	Untersuchungsbericht	23
12.1	Allgemeines	23
12.2	Kenndaten der Zigarette.....	24
12.3	Angaben zur Probenahme.....	24
12.4	Beschreibung der Untersuchung.....	25
12.5	Untersuchungsergebnisse.....	25
13	Wiederholpräzision und Vergleichspräzision	26
	Anhang A (informativ) Abrauchpläne.....	27
A.1	Allgemeines	27
A.2	Beispiele	28
A.2.1	BEISPIEL 1: Vergleich von zwei Zigarettenmarken auf einer Einkanal-Rauchmaschine	28
A.2.2	BEISPIEL 2: Vergleich von drei Zigarettenmarken auf einer Einkanal-Rauchmaschine	28
A.2.3	BEISPIEL 3: Vergleich von zwei Zigarettenmarken auf einer Vier-Kanal-Rauchmaschine.....	29
A.2.4	BEISPIEL 4: Vergleich von fünf Zigarettenmarken auf einer Zwanzig-Kanal- Rauchmaschine	30
	Anhang B (informativ) Alternatives Verfahren für die CO-Kalibrierung.....	31
	Literaturhinweise.....	32

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 20774:2013, 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 8454	siehe	DIN ISO 8454
ISO 13015	siehe	DIN ISO 10315
ISO 10362-1	siehe	DIN ISO 10362-1
ISO 10362-2	siehe	DIN ISO 10362-2

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuachließen, ist die englische Originalfassung des ISO 20774:2013 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 8454, *Zigaretten — Bestimmung des Kohlenmonoxidgehalts in der Gasphase von Zigarettenrauch — NDIR-Verfahren*

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*

Zigaretten — Bestimmung des Kohlenstoffmonoxids im Nebenstromrauch — Verfahren unter Verwendung 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 Kohlenstoffmonoxid 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 bei der 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 Zigarette 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 derzeitige Verfahren nicht anzuwenden ist.

Viele verschiedene Verfahren wurden eingesetzt, seit in der Wissenschaft versucht wurde, Werte für Kohlenstoffmonoxid 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 von der ISO festgelegten 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, das Nebenstromrauch-Kohlenstoffmonoxid der Zigaretten, wenn sie mit diesem Verfahren 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 Nebenstrom-CO-Werte anhand des CORESTA Monitor-Prüflings.

Weil die CO-Bestimmung im Nebenstromrauch naturgemäß komplexer und schwieriger durchzuführen ist als dessen Analyse im Hauptstromrauch, ist es sehr zu empfehlen, einen Monitor-Prüfling in die Abrauchpläne mit einzubeziehen, wie es auch in den Messungen des Hauptstromrauchs 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 ist empfehlenswert.

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 Kohlenstoffmonoxids (CO) 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 Nebenstromrauchkomponenten angewendet werden. Dennoch war die Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO₂) Bestandteil des Validierungsringversuchs der ISO 20774 welcher durch die CORESTA durchgeführt wurde. Aufgrund der Anzahl der berichtenden Labore erfolgte keine gründliche statistische Untersuchung der Nebenstromrauchdaten des Kohlenstoffdioxids (CO₂). Daher werden nur unverbindliche Informationen zu den Bedingungen für die Kohlenstoffdioxidbestimmung gegeben.

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 8454:2007, *Cigarettes — Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarette smoke — NDIR method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Gasphase des Nebenstromrauchs
Anteil des Nebenstromrauchs, der unter den in diesem Verfahren festgelegten Bedingungen durch einen Cambridge-Filter hindurchgeht

3.2

Abrauchvorgang

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

3.3

Abrauchgang

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

3.4

Laborprobe

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

3.5

Untersuchungsprobe

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

3.6

Konditionierungsprobe

aus der Untersuchungsprobe ausgewählte Zigaretten, die vor der Untersuchung auf Kohlenstoffmonoxid im Nebenstromrauch konditioniert werden

3.7

Untersuchungseinheit

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

3.8

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 und einem Filter (Glasfaserfilter) für die Sammlung des Nebenstromrauchs von jedem Kanal;
- Sammlung der Gasphase des Nebenstromrauchs und Bestimmung ihres Kohlenstoffmonoxidgehalts.

ANMERKUNG Die Bestimmung des Kohlenstoffmonoxidgehalts kann entweder mit einer Online-Messung oder mit einer Offline-Messung erfolgen. In dem letzteren Verfahren wird die Gasphase, oder ein Anteil davon, zuerst in einem Gasbeutel gesammelt.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden:

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

Maße in Millimeter

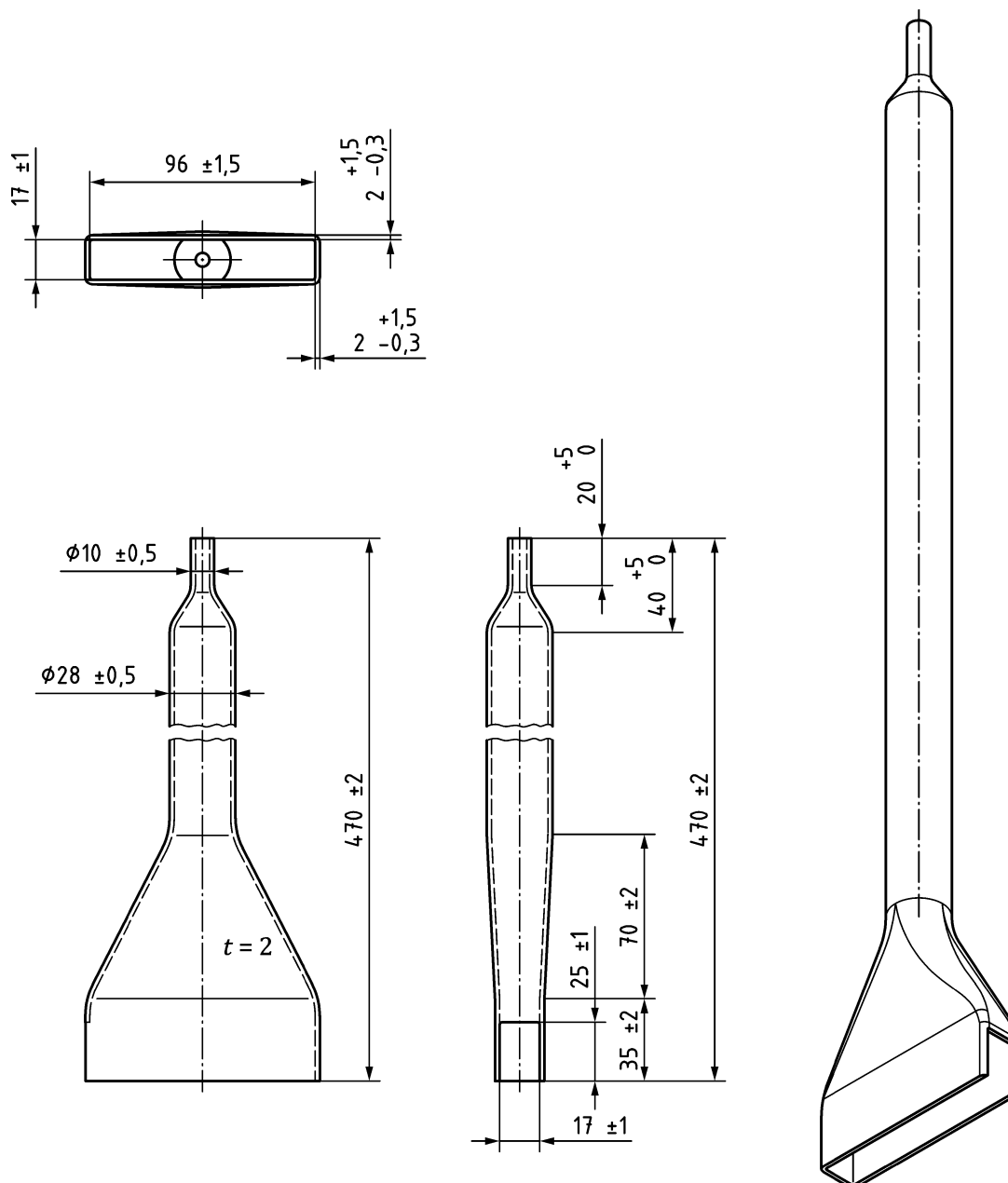
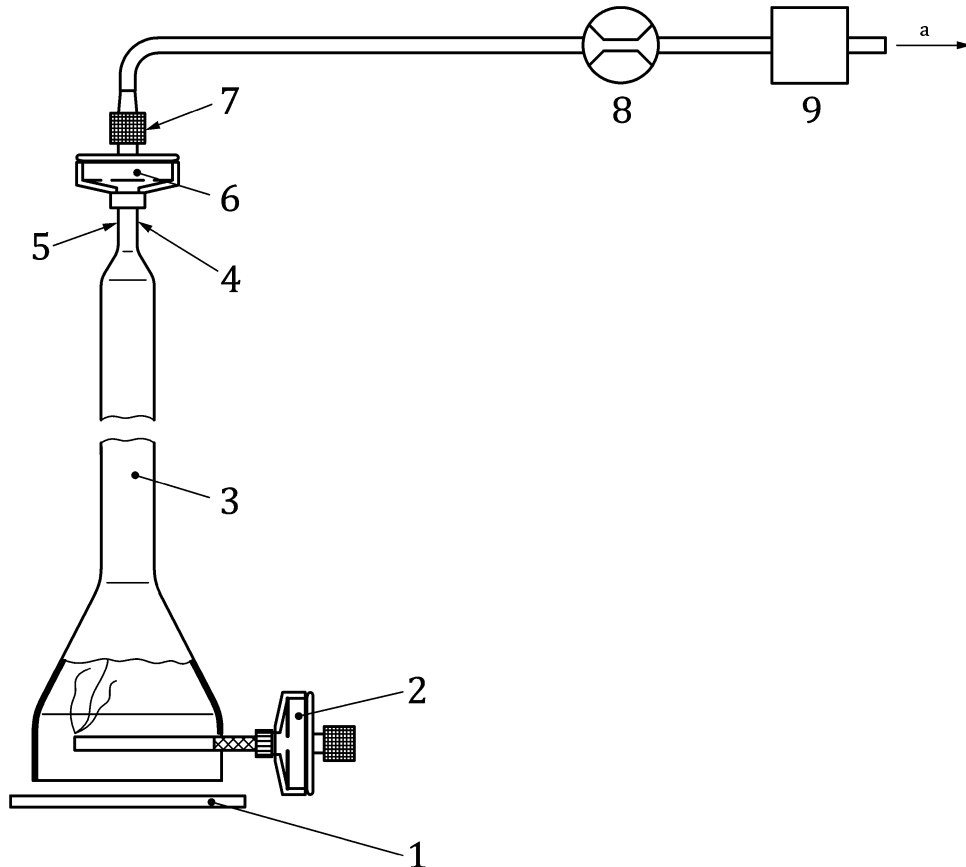


Bild 1 — Maße des Fishtail-Abzugs

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

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 Gesamtfläche der Öffnung am Boden des Fishtail-Abzugs abgedeckt ist, wie 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 Durchflussmessgerät
- 9 Durchflussregler

^a Zur Vakuumpumpe und CO-Sammlung/Detektor.

Bild 2 —Sammelsystem des Nebenstromrauchs

5.3 Nichtdispersiver-Infrarot (NDIR)-Gasanalysator, selektiv und für die Messung von Kohlenstoffmonoxid in Dämpfen und Gasen kalibriert.

Analysatoren können von mehreren Herstellern bezogen werden und sollten vorzugsweise über einen Arbeitsbereich von 0 % bis 2 % in Volumenanteilen verfügen und mit einer linearen Ausgaberate versehen sein. Der Analysator sollte unter konstanten Temperatur- und Druckbedingungen eine Präzision von 1 % des gesamten Skalenbereichs, eine Linearität von 1 % des gesamten Skalenbereichs und eine Wiederholpräzision von 0,2 % des gesamten Skalenbereichs aufweisen. Seine Anzeige bei einem Volumenanteil von 10 % Kohlenstoffdioxid sollte einen Volumenanteil von 0,05 % als Kohlenstoffmonoxid nicht überschreiten. Seine Anzeige bei einem Volumenanteil von 2 % Wasserdampf sollte einen Volumenanteil von 0,02 % als Kohlenstoffmonoxid nicht überschreiten.

5.4 Beutel zur Gas-Probenahme, nur erforderlich, falls die Sammlung der Gasphase in Beuteln statt durch ein kontinuierliches Flusssystem erfolgt.

Wird ein Beutel als Gas-Sammelvorrichtung benutzt, sollte dieser groß genug sein, um zu vermeiden, dass der Enddruck seines Inhalts den des umgebenden Luftdrucks überschreitet. Das Volumen des Beutels darf auch nicht größer sein, als das doppelte Volumen des Gasinhalts gesammelt bei Umgebungsluftdruck.

Das Material des Sammelbeutels muss für Kohlenstoffmonoxid und auch für Kohlenstoffdioxid geeignet sein, falls beabsichtigt ist, Letzteres zu bestimmen. Tedlar^{N1)}-Beutel sind für die CO-Analyse geeignet, allerdings erlauben sie das allmähliche Entweichen von Kohlenstoffdioxid während der Lagerung, so dass ihre Verwendung eine sofortige Mengenbestimmung des Letzteren bedeuten würde. Saran^{N1)} hat sich als ein effizientes Material für die Probenahme beider Gase herausgestellt.

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

5.6 PVC-Rohr, mit etwa 8 mm Innendurchmesser und 11 mm Außendurchmesser, um die Nebenstromrauchfalle, das in Reihe geschaltete Durchflussmessgerät, den Durchflussregler, die Vakuumpumpe, den Beutel zur Gas-Probenahme (falls verwendet) und den CO-Analysator zu verbinden.

5.7 Zeitnehmer, Stoppuhr, Uhr oder Zeitmesser, geeignet für die Messung der vergangenen Zeit in Sekunden.

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

5.9 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 Abzweig. Da dies eine grundlegende Messung ist, sollte das Durchflussmessgerät die Zeit messen, die benötigt wird, um ein bekanntes Volumen durchzuleiten.

5.10 Netzmittel-Lamellenbürette oder alternatives Verdrängungsdurchflussmessgerät, 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.

5.11 Gerät zu Bestimmung der Zugdauer und -frequenz.

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

^{N1)} Nationale Fußnote: Tedlar ist eine Handelsname für Polyvinylfluorid. Saran ist ein Handelsname für Polyvinylidenchlorid (PVdC) und Copolymerisate des Vinylidendichlorid, insbesondere mit Vinylchlorid.

5.13 Zugwiderstandsmessgerät, wie in ISO 6565 festgelegt.

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

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

5.16 Gerät zur Bestimmung des Durchmessers, nach ISO 2971.

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

6 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von bekannter Analysenreinheit zu verwenden.

6.1 Standard-Gasmischungen

Nominal: 0,20 % Kohlenstoffmonoxid in Stickstoff

Nominal: 0,75 % Kohlenstoffmonoxid in Stickstoff

Gasstandards mit einer Abweichung von ± 25 % der obigen sind zulässig.

Andere Gasstandards dürfen benutzt werden, wenn alternative Kalibrierverfahren angewendet werden.

Der relative Genauigkeitsgrad der Konzentration der Standard-Gasmischung sollte 3 % oder besser sein.

ANMERKUNG Wird auch Kohlenstoffdioxid bestimmt, ist es empfehlenswert, nominale Standard-Gasmischungen von 0,70 % Kohlenstoffdioxid und von 2,00 % CO₂ zu verwenden. In diesem Fall dürfen die Kalibriergase eine Mischung von Kohlenstoffmonoxid und Kohlenstoffdioxid mit den oben beschriebenen Konzentrationen sein. Für die Nullpunkteinstellung des Analysators ist Stickstoff von Laborgütegrad oder synthetische Luft zu verwenden.

7 Probenahme und Vorbereitung der Zigaretten

7.1 Allgemeines

Eine Laborprobe (siehe 3.4) 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 angewendet.

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 3.4).

7.3 Vorbereitung der Zigaretten für den Abrauchvorgang

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 Abrauchens 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 dem Konditionieren

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 durchstochen 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 Hauptstrom- und 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.

8.3 Einstellen der Abrauchmaschine

Die Abrauchmaschine ist nach ISO 4387 einzustellen.

8.4 Aufbau des Fishtail-Abzugs und der Nebenstromrauchfalle

8.4.1 Allgemeines

Jeder Fishtail-Abzug muss über einen 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.

8.4.2 Kalibrierverfahren

Die Analysatoren sind auf den Nullpunkt einzustellen, während die Messzelle bei der erforderlichen Durchflussrate gespült wird.

Die hohe Gaskonzentration (Nominal 0,75 % CO) ist in die Analysatoren einzuleiten. Nach Stabilisierung der Digitalanzeige ist die Spannweite des Analysenbereichs festzulegen. Sobald der Analysenbereich festgelegt ist, wird eine Ablesung der hohen Gaskonzentration vorgenommen.

Die niedrige Gaskonzentration (Nominal 0,20 % CO) ist einzuleiten und nach erfolgter Stabilisierung der Digitalanzeige eine Ablesung der niedrigen Gaskonzentration vorzunehmen.

Die konstruktive Ausführung des kalibrierten Durchflussmessgerätes muss derart sein, dass es keinen signifikanten Durchfluss-Widerstand (d. h. zusätzlichen Druckabfall) bei einer Durchflussrate von 3 l/min mit einbringt.

Die Kalibriergase können dem Gasanalysator entweder direkt aus dem kontinuierlichen Durchfluss von den Gaszylindern oder indirekt von dem vorher von den Zylindern gefüllten Beuteln für die Gas-Probenahme zugeführt werden. Es ist sehr wichtig, darauf zu achten, dass der Gasdruck in der Messzelle des Analysators während der Kalibrierung der gleiche ist, wie der bei den anschließend durchzuführenden Messungen in der Gasphase des Nebenstromrauchs. Eine gute Verfahrensweise ist, den Gasdruck in der Messzelle so nah wie möglich an den Umgebungsluftdruck anzupassen, indem deren Auslass zur Atmosphäre direkt offen gelassen wird, unter Ausschluss von Pumpen oder einer Durchflussbeschränkung.

ANMERKUNG 1 Wenn das Beutel-Sammelverfahren angewendet wird, sollte für CO₂-Bestimmungen eine Hintergrundbestimmung (Blindwert) der Laboratoriumsluft durchgeführt werden, um es für die Anwesenheit des CO₂ in der Luft zu korrigieren.

ANMERKUNG 2 Im Falle der Verwendung eines Nadelventils zur Luftdurchflusskontrolle hat es sich als hilfreich erwiesen, das Nadelventil hinter dem Durchflussmesser, der zur Überwachung des voreingestellten Durchflusses dient, anzuordnen (Bild 2).

Eine Kalibrierkurve der mittleren Anzeige eines jeden Kalibriergases gegen die Konzentrationen der verwendeten Gasmischungen ist auszudrucken (Nominal 0 %, 0,20 %, 0,75 % CO). Eine lineare Regression des Datensatzes sollte durchgeführt werden.

8.4.3 Alternatives Kalibrierverfahren

Andere Verfahren der Kalibrierung dürfen übernommen werden. Zum Beispiel dürfen die Kalibrier-gasmischungen mit einer Geschwindigkeit deutlich unter 3 l/min in den Fishtail-Abzug und von dort über die Pumpe dem CO-Detektor zugeführt werden. Das Gas darf von einem Druckgaszylinder, oder auf andere Weise (siehe Schema in Bild B.1) zugeführt werden. Falls das CO-Detektorsignal mit einem Integrator aufgezeichnet wird, kann die „Peak“-Fläche gegen das CO-Volumen kalibriert werden.

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 Einstellung der Durchflussrate des Fishtail-Abzugs

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

9.3 Verbinden der Halter der Nebenstromrauchfallen

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

9.4 Aufzeichnung der atmosphärischen Bedingungen

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