

DIN ISO 22634-2



ICS 65.160

Entwurf

Einsprüche bis 2020-09-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 22634:2012-01;
Ersatz für
E DIN ISO 22634-2:2018-12

**Zigaretten –
Bestimmung von Benzo[a]pyren im Hauptstromrauch von Zigaretten
unter Verwendung von GC/MS –
Teil 2: Verfahren mit Cyclohexan als Extraktionsmittel
(ISO 22634-2:2019);
Text Deutsch und Englisch**

Cigarettes –

Determination of benzo[a]pyrene in cigarette mainstream smoke using GC/MS –
Part 2: Method using cyclohexane as extraction solvent (ISO 22634-2:2019);
Text in German and English

Cigarettes –

Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par GC/SM –
Partie 2: Méthode utilisant du cyclohexane comme solvant d'extraction (ISO 22634-2:2019);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-07-17 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 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 Prüfeinrichtung	8
6 Reagenzien	8
7 Standardlösungen	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Primäre B[a]P-d12-Stammlösung: 100 µg/ml	9
7.3 Sekundäre B[a]P-d12-Aufstocklösung: 40 ng/ml	9
7.4 Primäre B[a]P-Stammlösung: 100 µg/ml	9
7.5 Sekundäre B[a]P-Stocklösung: 1 000 ng/ml	9
7.6 Standard-Arbeitslösungen	9
7.7 Aufbewahrung von Standardlösungen	9
8 Probenvorbereitung	10
8.1 Probenahme	10
8.2 Abrauchen	10
8.3 Extraktion der Glasfaserfilter	10
8.4 Aufreinigung der Probe	10
8.5 Blindlösung	11
9 Bestimmung	11
9.1 Betriebsbedingungen für GC/MS	11
9.2 Kalibrierung	12
9.3 B[a]P-Bestimmung	12
9.4 Berechnung	12
10 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	12
11 Prüfbericht	13
11.1 Allgemeines	13
11.2 Kenndaten der Zigarette	13
11.3 Angaben zur Probenahme	14
11.4 Beschreibung der Prüfung	14
11.5 Prüfergebnisse	14
Anhang A (informativ) Beispiel für das Chromatogramm eines Zigarettenrauchextrakts	15
Literaturhinweise	16

Bilder

Bild A.1 — Beispiel für das Chromatogramm eines Zigarettenrauchextrakts	15
---	----

Tabellen

Tabelle 1 — Wiederholpräzision (r) und Vergleichpräzision (R): B[a]P (ng/Prüfmuster; ng/Referenzprodukt; ng/Zigarette)	13
---	----

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 22634-2:2019, 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“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 4387	siehe	DIN ISO 4387
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-6:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-08
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243

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 22634:2012-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normnummer von DIN ISO 22634 wurde in DIN ISO 22634-2 geändert;
- b) Anwendungsbereich und Titel der Norm wurden entsprechend des neuen Verfahrens angepasst sowie das neue Verfahren mit Cyclohexan als Extraktionsmittel eingeführt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3308, *Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen — Begriffe und Standardbedingungen*

DIN ISO 3402, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Klima zum Konditionieren und Prüfen*

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

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 5725-6:2002-08, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis (ISO 5725-6:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme*

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 zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 22634-2:2017), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen gegenüber der früheren Ausgabe sind die Folgenden:

- Reagenzien wurden durch Hinzufügen von Stickstoff modifiziert;
- Aufbewahrung von Standardlösungen wurde modifiziert;
- Aufreinigung von Proben wurde modifiziert;
- Vortex-Mixer wurde hinzugefügt;
- Literaturhinweise wurden erweitert.

Eine Liste aller Teile der Normenreihe ISO 22634 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dieses Dokument, das im Rahmen von Ringversuchen in vielen Laboratorien in zahlreichen Ländern erstellt wurde, liefert eine optimierte Verfahrensweise für die Bestimmung von Benzo[a]pyren im Hauptstromrauch von Zigaretten. Die Wiederhol- und Vergleichpräzision dieses Verfahrens wurden gemäß den Empfehlungen der ISO festgelegt und sind in dieser Norm enthalten.

Kein maschinelles Abrauchverfahren kann menschliches Rauchverhalten nachbilden.

- Es wird empfohlen, dass Zigaretten auch unter Bedingungen einer Intensität des maschinellen Abrauchens geprüft werden, die sich von den Festlegungen in diesem Dokument unterscheidet.
- Es ist zweckmäßig, Zigaretten maschinell abzurauchen, um Emissionen von Zigaretten zum Zweck des Zigaretten-Designs (der Produktentwicklung) und für regulatorische Zwecke zu charakterisieren, jedoch kann die Kommunikation maschinell ermittelter Messergebnisse an Raucher zu Missverständnissen bezüglich Exposition und Risiko unterschiedlicher Marken führen.
- Rauchemissionsdaten von maschinellen Messungen dürfen als ein Beitrag zur Risikobewertung herangezogen werden, sie sind jedoch weder vorgesehen noch geeignet, als Maß möglicher menschlicher Exposition oder Risiko zu dienen. Die Anwendung von ISO-Normen zur Prüfung von Produkten ist dann missbräuchlich, wenn Unterschiede zwischen Produkten bei maschinellen Messungen als Unterschiede in Exposition oder Risiko kommuniziert werden.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Benzo[a]pyren (B[a]P) im Rohkondensat (TPM; en: total particulate matter) des Hauptstromrauchs von Zigaretten mithilfe von Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) mit Cyclohexan als Extraktionsmittel fest.

Dieses Verfahren wurde unter Anwendung der Abrauchparameter nach ISO 3308 festgelegt. Dieses Dokument enthält ein zu dem in ISO 22634-1 festgelegten alternatives Verfahren mit unterschiedlicher Aufreinigung, und einem Analysedurchlauf mit geringerer Gesamtdauer, welches eine potentielle Steigerung des Probendurchsatzes im Vergleich zu ISO 22634-1 ermöglicht.

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 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 8243, *Cigarettes — Sampling*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

- Probenahme der zu prüfenden Zigaretten nach dem in ISO 8243 festgelegten Probenahmeverfahren.
- Konditionierung der zu prüfenden Zigaretten nach dem in ISO 3402 festgelegten Konditionierungsverfahren.
- Abrauchen der zu prüfenden Zigaretten nach dem in ISO 4387 festgelegten Abrauchverfahren.
- Extraktion des gesammelten Rohkondensats aus dem zweckmäßigen Glasfaserfilter mit Cyclohexan.

- Aufreinigung von Proben mittels Festphasenextraktion (SPE; en: solid phase extraction).
- Analytische Bestimmung von B[a]P mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie.

5 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und Ausrüstung und insbesondere die Folgenden.

5.1 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen, die die Anforderungen nach ISO 3308 erfüllt und die für das Abrauchen nach ISO 4387 ausgerüstet ist.

5.2 Gaschromatograph mit Massendetektor, ausgerüstet mit einem rechnergestützten Steuer-, Datenerfassungs- und -verarbeitungssystem. Dieses System muss das Massenspektrometer so steuern können, dass chromatographische Daten im Einzelionendetektions(SIM)-Modus erhalten werden. Der Gaschromatograph muss für die Durchführung von splitlosen Injektionen (Splitless-Injektionen) auf eine Kapillarsäule konfiguriert sein. Es wird empfohlen, den Gaschromatographen mit einem automatischen Probengeber für die Probeninjektion auszustatten.

5.3 Kapillarsäule aus Quarzglas, z. B. eine stationäre Phase aus 50 % Phenylpolysiloxan und 50 % Methylpolysiloxan und eine 30 m lange Säule mit einem Innendurchmesser von 0,25 mm und einer Filmdicke von 0,25 µm sind für diese Analyse geeignet.

ANMERKUNG Es können andere Säulen verwendet werden, vorausgesetzt, dass eine entsprechende Peaktrennung erhalten wird.

5.4 TurboVap®¹-Verdampfer oder **gleichwertige Apparatur**.

5.5 Vorrichtung für die Probenvorbereitung unter Vakuum oder **gleichwertige Apparatur**.

5.6 Festphasenextraktions-Kartuschen, mit einem Volumen von 3 ml, mit 500 mg Phase, NH₂ gebunden an Kieselgel sind geeignet.

ANMERKUNG Andere Kartuschen mit gleicher Phase, aber anderen Abmessungen, können verwendet werden, sofern gleiche Ergebnisse nachgewiesen werden.

5.7 Direktverdrängungspipetten, geeignet für einen Volumenbereich von 10 µl bis 1 000 µl.

5.8 Übliche Laborausrüstung, für die Aufbereitung von Proben, Standards und Reagenzien, z. B. Probengefäße (es sind möglicherweise Gefäßeinsätze erforderlich). Alle Glasgeräte müssen vor der Anwendung gereinigt werden, um jegliche Verunreinigungen zu vermeiden. Möglicherweise sind Braunglas-Geräte erforderlich.

5.9 Ultraschallbad.

5.10 Schüttler, auf 200 U/min eingestellt.

5.11 Vortex-Mixer (Vortex-Schüttler).

6 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von analytischer Reinheit sein.

6.1 Hexan, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99 %, CAS 110-54-3.

1 TurboVap® 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.

- 6.2 Cyclohexan**, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99 %, CAS 110-82-7.
- 6.3 Benzo[a]pyren**, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 98 %, CAS 50-32-8.
- 6.4 Benzo[a]pyren-d12**, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 98 %, CAS 63466-71-7.
- 6.5 Helium**, Trärgas mit bekanntem Reinheitsgrad von mindestens 99,999 %, CAS 7440-59-7.
- 6.6 Stickstoff**, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99,999 %, CAS 7727-37-9.

WARNUNG — Benzo[a]pyren und Benzo[a]pyren-d12 sind Karzinogene. Beim Umgang mit diesen Verbindungen oder mit jeglichen Lösungen, die diese Verbindungen enthalten, müssen entsprechende Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden.

7 Standardlösungen

7.1 Allgemeines

Als Referenzmaterial können zertifizierte B[a]P- und B[a]P-d12-Lösungen verwendet werden.

7.2 Primäre B[a]P-d12-Stammlösung: 100 µg/ml

10 mg B[a]P-d12, eingewogen auf 0,01 mg genau, werden in einen 100-ml-Messkolben gegeben und gelöst, indem der Messkolben bis zur Marke mit Cyclohexan aufgefüllt wird. Vollständiges Lösen wird im Ultraschallbad sichergestellt.

7.3 Sekundäre B[a]P-d12-Aufstocklösung: 40 ng/ml

800 µl der primären B[a]P-d12-Stammlösung (7.2) werden in einen 2-000-ml-Messkolben überführt, der mit Cyclohexan bis zur Marke aufgefüllt wird.

7.4 Primäre B[a]P-Stammlösung: 100 µg/ml

10 mg B[a]P, eingewogen auf 0,01 mg genau, werden in einem 100-ml-Messkolben gegeben und gelöst, indem der Messkolben bis zur Marke mit sekundärer B[a]P-d12-Aufstocklösung (7.3) aufgefüllt wird.

7.5 Sekundäre B[a]P-Stocklösung: 1 000 ng/ml

1 ml der primären B[a]P-Stammlösung (7.4) wird in einen 100-ml-Messkolben gegeben und verdünnt, indem der Messkolben bis zur Marke mit sekundärer B[a]P-d12-Aufstocklösung (7.3) aufgefüllt wird.

7.6 Standard-Arbeitslösungen

Es werden sechs Standard-Arbeitslösungen hergestellt, die den zu untersuchenden Konzentrationsbereich abdecken. Zum Beispiel werden 100 µl der sekundären B[a]P-Stammlösung (7.5) in einen 20-ml-Messkolben gegeben und dieser bis zur Marke mit einer sekundären B[a]P-d12-Aufstocklösung (7.3) aufgefüllt. Diese Lösungen haben eine Massenkonzentration von etwa 40 ng/ml B[a]P-d12 und Massenkonzentrationen von 5,0 ng/ml bis 250 ng/ml B[a]P.

7.7 Aufbewahrung von Standardlösungen

Die Standardlösungen (7.2 bis 7.6) sind bis zu vier Monate stabil, wenn sie im Kühlschrank bei höchstens 4 °C aufbewahrt werden. Eine Aufbewahrung in Braunglas-Behältern wird empfohlen.