

DIN ISO 4387



ICS 65.160

Einsprüche bis 2020-10-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 4387:2018-09

Entwurf

**Zigaretten –
Bestimmung des Rohkondensats und des nikotinfreien
Trockenkondensats unter Verwendung einer
Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen (ISO 4387:2019);
Text Deutsch und Englisch**

Cigarettes –

Determination of total and nicotine-free dry particulate matter using a routine analytical smoking machine (ISO 4387:2019);
Text in German and English

Cigarettes –

Détermination de la matière particulaire totale et de la matière particulaire anhydre et exempte de nicotine au moyen d'une machine à fumer analytique de routine
(ISO 4387:2019);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-08-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder 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 51 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Geräte	10
6 Probenahme	10
7 Bestimmung des Rohkondensats	10
7.1 Vorbereitung der Zigaretten zum Abrauchen	10
7.1.1 Allgemeines	10
7.1.2 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus einer Menge von Q Zigaretten	11
7.1.3 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus P Packungen	11
7.1.4 Duplizieren von Untersuchungseinheiten	12
7.2 Markieren der Stummellänge	12
7.2.1 Standard-Stummellänge	12
7.2.2 Messung der Filterlänge	12
7.2.3 Messung der Belaglänge	12
7.2.4 Notwendigkeit, die Stummellänge vor dem Konditionieren auf den Zigaretten anzuzeichnen	12
7.3 Auswahl von Zigaretten	13
7.4 Konditionierung	13
7.5 Dem Abrauchen vorangehende Untersuchungen	13
7.6 Abrauchen und Sammeln des Kondensats	13
7.6.1 Abrauchplan	13
7.6.2 Vorbereitung der Rauchfallen und Zigarettenhalter	14
7.6.3 Vorbereitung der Abrauchmaschine	14
7.6.4 Abrauchverfahren	15
7.7 Bestimmung des Rohkondensats	16
7.8 Berechnung des Rohkondensats	16
7.9 Behandlung des Rohkondensats	16
7.9.1 Extraktionsverfahren	16
7.9.2 Wasserbestimmung	17
7.9.3 Nikotinbestimmung	17
8 Untersuchungsbericht	17
9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	19
Anhang A (informativ) Abrauchpläne	21
A.1 Allgemeines	21
A.2 Beispiele für Abrauchpläne	22
A.2.1 BEISPIEL 1: Vergleich von zwei Zigarettenmarken auf einer Einkanal-Rauchmaschine	22
A.2.2 BEISPIEL 2: Vergleich von drei Zigarettenmarken auf einer Einkanal-Rauchmaschine	22
A.2.3 BEISPIEL 3: Vergleich von zwei Zigarettenmarken auf einer Vierkanal-Rauchmaschine	23
A.2.4 BEISPIEL 4: Vergleich von 20 Zigarettenmarken auf einer 20-Kanal-Abrauchmaschine	24
A.2.5 BEISPIEL 5: Vergleich von fünf Zigarettenmarken in einer 20-Kanal-Abrauchmaschine	25
Literaturhinweise	27

Tabellen

Tabelle 1 — Schätzungen auf Grund der Datenauswertung	19
Tabelle A.1 —	22

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument ISO 4387:2019 ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden.

ISO 4387:2019 wurden vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) erarbeitet.

Die Mitarbeit von DIN wird für den Bereich des ISO/TC 126 über den Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

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

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

ISO 2971	siehe	DIN ISO 2971
ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 6488	siehe	DIN ISO 6488
ISO 6565	siehe	DIN ISO 6565
ISO 8243	siehe	DIN ISO 8243
ISO 10315	siehe	DIN ISO 10315
ISO 10362-1	siehe	DIN ISO 10362-1
ISO 10362-2	siehe	DIN ISO 10362-2
ISO 16055	siehe	DIN ISO 16055

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 4387:2018-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in Abschnitt 7.6.4 wurde das Abrauchen und Sammeln des Kondensats gemäß der Umstellung des Wortlauts von ISO 8454 auf ISO 4387 geändert;
- b) Norm-Entwurf redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 2971, *Zigaretten und Filterstäbe — Bestimmung des Nenndurchmessers — Berührungsloses optisches Messverfahren*

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

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

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 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 16055, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Monitor-Prüfling — Anforderungen und Anwendung*

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 vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 4387:2000 + Amd 1:2008 + Amd 2:2017), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- In Abschnitt 7.6.4 wurde das Abrauchen und Sammeln des Kondensats gemäß der Umstellung des Wortlauts von ISO 8454 auf ISO 4387 geändert.

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

Zigaretten werden in engen Toleranzgrenzen unter Einsatz strenger Verfahren der Qualitätskontrolle hergestellt. Jedoch entstammen alle Komponenten, die bei der Herstellung verwendet werden, Naturprodukten (wie Tabak, Zigarettenpapier, Belagpapier usw.), woraus ein ungleichmäßiges Endprodukt resultiert. Die Komplexität endet hier nicht, da während des Abrauchens zudem eine Umwandlung der Zigarette in Zigarettenrauch erfolgt.

Zigarettenrauch ist ein komplexes Gemisch aus vielen einzelnen chemischen Bestandteilen, die als Gase, Dämpfe und kondensierte Aerosolpartikel vorliegen. Zusätzlich laufen unmittelbar nach der Rauchbildung unterschiedliche Alterungsprozesse zusammen mit Diffusions- und Löslichkeitseffekten ab, die eine weitere Komplizierung der Zusammensetzung hervorrufen.

Der quantitativen Bestimmung von nikotinfreiem Trockenkondensat (NFDPM; gelegentlich ausgewiesen als „Teer“) liegt deshalb eine willkürliche Definition zu Grunde.

Seit Wissenschaftler versuchen, Werte für NFDPM zu bestimmen, wurden eine Mehrzahl von Methoden aufgegriffen. Die Erfahrung jedoch erbrachte einige zuverlässigere Verfahren. Unter Berücksichtigung dieser Tatsachen wurden 1988 und 1989 von Arbeitsgruppen, bestehend aus Mitgliedern des „Cooperative Centre for Scientific Research Relative to Tobacco (CORESTA) Smoke and Technology groups“, Ringversuche zur Wiederholung und der Vergleichpräzision der Bestimmung von Roh- und Trockenkondensat bei Zigaretten durchgeführt.

Die Studien zeigen, dass Verbesserungen bezüglich Wiederholpräzision und Vergleichpräzision durch Beschränkungen der großen Vielfalt an Verfahren und Praktiken, die durch die bestehenden Standardverfahren gestattet waren, zu erzielen sind. Somit wurden diese und weitere Dokumente, die zusammen einen vollständigen Satz für die Probenahme, Konditionierung und die Bestimmung von Nikotin, Wasser und Kondensat von Zigaretten bilden, nach intensiver Zusammenarbeit und Ringversuchen, an denen sich viele Laboratorien in vielen Ländern beteiligten, erstellt.

CORESTA veröffentlichte 1968 erstmals ein internationaler Standard für das maschinelle Abrauchen von Zigaretten. Seit dieser Zeit wurden viele Verbesserungen, die Geräte sowie das Verfahren betreffend, vorgeschlagen.

Dieses Dokument schließt diese Verbesserungen ein und stellt folglich den Stand der Technik auf diesem Gebiet dar. Sie bietet einen Satz an Verfahren, die als Referenzverfahren anerkannt sind.

Bei dem Verfahren handelt es sich um ein maschinelles Verfahren, das das Abrauchen von Zigaretten bei Einhaltung streng überwachter Parameter erlaubt. Somit können die NFDPM- und Nikotingehalte von Zigaretten, die mit diesem Verfahren erzielt werden auf der Grundlage der durch maschinelles Abrauchen erhaltenen Werte miteinander verglichen und eingestuft werden.

Kein einzelnes maschinelles Abrauchverfahren kann menschliches Rauchverhalten in seinen verschiedenen Ausprägungen beschreiben:

- es wird empfohlen, dass Zigaretten zusätzlich unter anderen maschinellen Abrauchbedingungen als die in dieser Internationalen Norm genannten geprüft werden;
- aus produkttechnischen Gründen und aus Gründen der Rechtsetzung ist es sinnvoll, Zigaretten maschinell abzurauen, um Informationen über Zigarettenrauchbestandteile zu erhalten. Jedoch können aus der Darstellung der maschinell ermittelten Messergebnisse beim Konsumenten Missverständnisse bezüglich Exposition und Risiko unterschiedlicher Marken entstehen;
- Ergebnisse maschinellen Abrauchens können 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 Messergebnisse unterschiedlicher Produkte als Unterschiede in Exposition oder Risiko kommuniziert werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren fest zur Bestimmung des Rohkondensats und zur nachfolgenden Bestimmung des nikotinfreien Trockenkondensats im Zigarettenrauch, erzeugt und gesammelt unter Verwendung einer Abrauchmaschine für Routineanalysen.

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 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 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 8243, *Cigarettes — Sampling*

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*

ISO 16055, *Tobacco and tobacco products — Monitor test piece — Requirements and use*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

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/>

3.1

Rohkondensat

TPM (en: total particulate matter)

Anteil des Hauptstromrauches, der in der Rauchfalle gesammelt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird ausgedrückt in Milligramm je Zigarette

3.2

Trockenkondensat

DPM (en: dry particulate matter)

Rohkondensat (3.1) nach Abzug seines Wassergehalts

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird ausgedrückt in Milligramm je Zigarette

3.3

nikotinfreies Trockenkondensat

NFDPM (en: nicotine-free dry particulate matter)

Trockenkondensat (3.2) nach Abzug seines Nikotingehalts

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird ausgedrückt in Milligramm je Zigarette

3.4

Abrauchvorgang

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

3.5

Abrauchgang

bestimmter Abrauchvorgang (3.4) zur Erzeugung des Rauches aus einer Zigarettenprobe, der für die Bestimmung der Rauchbestandteile notwendig ist

3.6

Reinigungszug

jeder Zug, der nach dem Löschen oder Entfernen einer Zigarette aus dem Zigarettenhalter durchgeführt wird

3.7

Laborprobe

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

3.8

Untersuchungsprobe

Zigaretten für Untersuchungen, die nach dem Zufallsprinzip der Laborprobe (3.6) entnommen wurden und die repräsentativ sind für alle Einzelproben, die die Laborprobe ausmachen

3.9

Konditionierungsprobe

aus der Untersuchungsprobe (3.7) ausgewählte Zigaretten, die vor der Untersuchung konditioniert werden

3.10

Untersuchungseinheit

Gruppe von Zigaretten, die für eine Einzelbestimmung vorbereitet werden und die eine nach dem Zufallsprinzip ausgewählte Probe der Untersuchungsprobe (3.7) oder Konditionierungsprobe darstellen

3.11

Monitor-Prüfling

Zigarette, die einem Los entnommen wurde, das unter kontrollierten Bedingungen speziell hergestellt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Zigaretten eines Loses zeigen die größtmögliche Homogenität hinsichtlich ihrer physikalischen und chemischen Eigenschaften.

4 Kurzbeschreibung

Es erfolgen die Probenahme und die Konditionierung der zu untersuchenden Zigaretten. Die zu untersuchenden Zigaretten werden auf einer automatischen Abrauchmaschine abgeraucht. Dabei wird das Rohkondensat

in einer Glasfaserfilter-Falle gesammelt. Sofern verwendet, wird die Gleichmäßigkeit des Abrauchens und der sich anschließenden Untersuchungen mit Monitor-Prüflingen nach ISO 16055 überwacht. Die Masse des so gesammelten Rohkondensats wird gravimetrisch bestimmt. Das Rohkondensat wird aus der Falle extrahiert und zur Bestimmung des Wasser- und Nikotingehalts mittels Gaschromatographie verwendet.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden:

5.1 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen, die die Anforderungen nach ISO 3308 erfüllt.

5.2 Netzmittel-Lamellenbürette, graduiert auf 35 ml mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,2$ ml und einer Einteilung von 0,1 ml.

5.3 Gerät zur Bestimmung der Zugdauer und Frequenz.

5.4 Analysenwaage, geeignet zur Messung auf 0,1 mg.

Die Wägung der Filterhalter kann elektrostatischen Einflüssen unterliegen. Daher ist die Verwendung eines antistatisch ausgerüsteten Gerätes erforderlich.

5.5 Konditionierungskammer, die das Klima nach ISO 3402 sorgfältig aufrechterhält.

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

5.7 Gerät zur Bestimmung des Durchmessers nach ISO 2971.

Wenn ein solches Gerät nicht verfügbar ist, darf der Durchmesser mit Hilfe des Umfanges der Zigarette bestimmt werden. Dazu wird die Zigarette längs aufgeschlitzt, das Papier abgenommen und geglättet. Anschließend wird die Breite des Papiers gemessen.

5.8 Abdichtungsvorrichtung für Rauchfalle, Endkappen aus nicht-hygroskopischem und chemisch inertem Material.

5.9 Handschuhe aus Baumwolle oder ungepuderte chirurgische Handschuhe.

6 Probenahme

Eine Laborprobe, die nach einem Probenahmeschema, wie in ISO 8243 beschrieben, gezogen worden ist, muss entnommen werden.

Diese Probe enthält normalerweise Zigaretten, die den verschiedenen Teilen der Grundgesamtheit entstammen. Die Untersuchungsprobe, die für die Prüfung benötigt wird, wird durch eine dem Zufallsprinzip genügende Entnahme von Zigaretten aus den verschiedenen Teilen der Grundgesamtheit, die durch die Laborprobe repräsentiert wird, gebildet.

7 Bestimmung des Rohkondensats

7.1 Vorbereitung der Zigaretten zum Abrauchen

7.1.1 Allgemeines

Wenn N Zigaretten einer vorgegebenen Marke abzurauchen sind, müssen $C \times N$ Zigaretten aus Q Zigaretten zur Konditionierung und zur Markierung der Stummellänge vorbereitet werden.

In diesem Abschnitt werden folgende Symbole verwendet:

- N Anzahl der Zigaretten einer bestimmten Marke, die abzurauchen sind. Die Anzahl der Zigaretten resultiert aus der Probenahme zu einem Zeitpunkt oder der Teilprobe eines Zeitraums;
- C Faktor größer als 1, der es erlaubt, Fehlmengen infolge Beschädigung oder Auswahlverfahren zwischen der ursprünglichen Probenahme und dem Abrauchen auszugleichen;
- Q Anzahl aller zur Verfügung stehenden Zigaretten (Laborprobe, siehe 3.6);
- n Anzahl der Wiederholbestimmungen für Rohkondensat.

ANMERKUNG Der Faktor C beträgt üblicherweise mindestens 1,2, um für eventuelle zusätzliche Prüfungen (siehe 7.5) Zigaretten zur Verfügung zu haben oder für den Fall, dass einige Zigaretten beschädigt sind. Falls eine Auswahl nach Masse oder Zugwiderstand (oder nach jedem anderen Parameter) notwendig ist, muss C in Abhängigkeit des Auswahlprozesses wesentlich größer gewählt werden (erfahrungsgemäß 2 bis 4).

Die üblicherweise geforderte Genauigkeit verlangt im Regelfall $80 \leq N \leq 100$. Diese Anzahl kann wesentlich ansteigen, wenn die Schwankung der Probe hoch ist; im Gegensatz dazu kann bei bestimmten Vergleichen homogener Proben die Anzahl reduziert werden. Sie kann ebenfalls gesenkt werden, wenn N die Teilprobe eines Zeitraumes darstellt. N darf niemals kleiner als 40 sein, wenn 20 Zigaretten je Rauchfalle abgeraucht werden, und nicht kleiner als 20, wenn 5 Zigaretten je Rauchfalle abgeraucht werden.

Es ist erforderlich, 40 Zigaretten abzurauchen, wenn 20 Zigaretten je Rauchfalle abgeraucht werden, was zu einer Wiederholung der Analyse und somit Verdoppelung der Daten führt.

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

q Anzahl der Zigaretten, die in dieselbe Rauchfalle geraucht wurden.

7.1.2 Auswahl von Untersuchungseinheiten aus einer Menge von Q Zigaretten

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

7.1.3 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 zufällige Entnahme einer einzelnen Packung gewählt, und es werden dann zufällig $C \times q$ Zigaretten aus dieser Packung entnommen.

Wenn $Q/P < C \times q$, wird die kleinste Anzahl an Packungen (k) gewählt, sodass sich Gleichung (1) ergibt

$$\frac{Q \times k}{P} \geq C \times q \quad (1)$$

Dabei ist

- Q Anzahl aller zur Verfügung stehenden Zigaretten (Laborprobe, siehe 3.6);
- k kleinste Anzahl von Packungen;
- P Anzahl aller zur Verfügung stehenden Zigarettenpackungen;

C Faktor größer als 1, der es erlaubt, Fehlmengen infolge Beschädigung oder Auswahlverfahren zwischen der ursprünglichen Probenahme und dem Abrauchen auszugleichen;

q Anzahl der Zigaretten, die in dieselbe Rauchfalle geraucht wurde.

Es wird dann die gleiche Anzahl (oder so gleich wie möglich) von Zigaretten zufällig jeder Packung entnommen und so die Untersuchungseinheit $C \times q$ Zigaretten gebildet.

7.1.4 Duplizieren von Untersuchungseinheiten

Vorausgesetzt, die Untersuchungsprobe ist groß genug ($\geq 2 C \times N$), sollte ein zweiter Satz von n Untersuchungseinheiten vorrätig gehalten werden. In diesem Fall wäre die parallele Auswahl einer Untersuchungseinheit und deren Duplikat vernünftig. In diesem Fall müssten die beiden Auswahlbedingungen nach 7.1.3 geändert werden in $Q/P \geq 2 C \times q$ und $Q/P < 2 C \times q$.

7.2 Markieren der Stummellänge

7.2.1 Standard-Stummellänge

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

- 23 mm;
- Filterlänge + 8 mm; oder
- 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 Abbrechens des Abrauchvorganges verbleibt.

7.2.2 Messung der Filterlänge

Die Filterlänge, wie in 7.2.1 definiert, muss der Mittelwert aus 10 Zigaretten sein, die der Laborprobe entnommen wurden, gemessen mit einer Genauigkeit von 0,5 mm. Der Mittelwert wird auf 0,5 mm angegeben.

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

7.2.3 Messung der Belaglänge

Die Länge des Belages, wie in 7.2.1 definiert, muss der Mittelwert aus 10 Belägen, die der Laborprobe entnommen wurden, gemessen mit einer Genauigkeit von 0,5 mm. Der Mittelwert wird auf 0,5 mm angegeben.

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

7.2.4 Notwendigkeit, die Stummellänge vor dem Konditionieren auf den Zigaretten anzuzeichnen

Es ist eine dünne Linie mit einem feinen weichen Filzstift an der Standard-Stummellänge zu ziehen, mit einer Genauigkeit von 0,5 mm, ausgehend vom Mundstückende der entsprechenden Zigarettenart.

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 verworfen und durch Ersatzzigaretten der Untersuchungseinheit ausgetauscht werden.

Wenn Zigaretten auf einer Abrauchmaschine abgeraucht werden, an der die Stummellänge in Übereinstimmung mit 7.2.1 eingestellt werden kann, ist es nicht notwendig die Stummellängen auf den Zigaretten selbst anzuzeichnen.

7.3 Auswahl von Zigaretten

Wenn eine Auswahl nach Masse oder Zugwiderstand (oder anderen Parametern) auf Grund der Art der zu untersuchenden Fragestellung notwendig ist, darf die Auswahl nicht als Verfahren zur Reduzierung der Anzahl abzurauchender Zigaretten betrachtet werden.

7.4 Konditionierung

Die Untersuchungseinheiten werden im Konditionierungsklima nach ISO 3402 für mindestens 48 Stunden und maximal 10 Tage konditioniert.

Werden Proben aus irgendeinem Grund vor dem Konditionieren länger als 10 Tage aufbewahrt, so 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 ISO 3402 entsprechen.

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.

7.5 Dem Abrauchen vorangehende Untersuchungen

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 Zigaretten, die für den Abrauchvorgang entnommen wurden (in Milligramm je Zigarette);
- e) Wassergehalt (als Massenanteil) der konditionierten Zigaretten, bestimmt nach ISO 6488.

7.6 Abrauchen und Sammeln des Kondensats

7.6.1 Abrauchplan

Ein Abrauchplan ist zu wählen; Beispiele von Plänen enthält Anhang A.

Der Abrauchplan muss die Anzahl der Zigaretten, die je Falle abzurauchen sind (q), und die Anzahl der Zigaretten der Konditionierprobe ($C \times N$) enthalten.

Der Abrauchplan sollte als Untersuchungseinheit Monitor-Prüflinge enthalten. Die Monitor-Prüflinge werden in den Plan als eine Zigarettenart eingefügt und vorbereitet und abgeraucht wie in 7.6.4, 7.7, 7.8 und 7.9 beschrieben.

7.6.2 Vorbereitung der Rauchfallen und Zigarettenhalter

Zur Vermeidung von Kontamination durch Fingerkontakt müssen für alle Arbeitsschritte Handschuhe aus geeignetem Material (5.9) getragen werden.

Die Glasfaserfilter, die mindestens 12 h im Prüfklima konditioniert wurden, werden so in ihre Halter eingesetzt, dass die raue Seite des Glasfaserfilters in Richtung des ankommenden Rauchs weist. Nach dem Einsetzen sind die Filterhalter auf einwandfreien Sitz der Glasfaserfilter zu überprüfen. Wenn die Rauchfalle so gestaltet ist, dass sie eine Lochscheibe (Abdeckscheibe) enthält, ist diese einzulegen und die Abdichtungsvorrichtungen (Endkappen) sind zu befestigen. Wenn der Zigarettenhalter so gestaltet ist, dass er eine Lochscheibe enthält, ist diese in den Zigarettenhalter einzulegen, bevor die Labyrinthdichtungen befestigt werden (siehe ISO 3308:2012, 4.8). Die zusammengebauten Rauchfallen werden auf 0,1 mg gewogen.

Wegen der Wasserabsorption durch Rauchfalle und Lösungsmittel muss ein Blindwert bestimmt werden. Die Blindproben werden vorbereitet, indem zusätzliche Rauchfallen (mindestens 2 Rauchfallen je 100 Zigaretten) in gleicher Weise behandelt werden wie für das Sammeln des Rauches.

7.6.3 Vorbereitung der Abrauchmaschine

7.6.3.1 Allgemeines

Falls notwendig, werden etwaige Schutzfilter an der Maschine erneuert. Die Maschine wird eingeschaltet, und zum Warmlaufen wird ein automatischer Testlauf von mindestens 20 min durchgeführt.

An der warmgelaufenen Maschine wird die Übereinstimmung von Zugdauer und Zugfrequenz jedes Kanals mit den Standardbedingungen überprüft.

Wenn zu vermuten ist, dass die Abrauchmaschine während des Betriebs starken Temperaturänderungen unterliegt, sollte das Zugvolumen überprüft werden.

7.6.3.2 Messung der Zugdauer

Zur Messung der Zeitspanne zwischen den Schaltvorgängen, die den Zugvorgang der Rauchmaschine auslösen und beenden, ist ein Zeitnehmer zu verwenden, der in Verbindung mit einem kristallgesteuerten Oszillator arbeitet. Die Genauigkeit des Zeitmessers muss so groß sein, dass ein einprozentiger Fehler in der Zugdauer erkannt werden kann. Der Zeitnehmer sollte direkt mit dem Schaltmechanismus gekoppelt sein.

ANMERKUNG Auf Grund der Vielfalt der zur Verfügung stehenden Zeitnehmer und Abrauchmaschinen ist es nicht möglich, ein über eine allgemeine Beschreibung des Prinzips hinausgehendes Verfahren zur Messung anzugeben.

7.6.3.3 Überprüfung der Zugfrequenz

Die Zeitspanne zwischen den Startsignalen, die zwei aufeinander folgende Zugvorgänge der Abrauchmaschine auslösen, wird gemessen. Dadurch wird die Zugfrequenz bestimmt. Der verwendete Zeitnehmer muss geeignet sein, mit einer Fehlergrenze von 0,1 s zu messen. Er sollte vorzugsweise direkt mit dem Schaltmechanismus gekoppelt sein.

7.6.3.4 Messung des Zugvolumens

Die Lageveränderung einer Netzmittel-Lamelle in einer Netzmittel-Lamellenbürette (5.2) ergibt eine direkte Messung des Zugvolumens und liefert zudem eine Überprüfung auf Undichtigkeiten im System. Ein geeignetes Anzeigegerät, graduirt bei 35 ml, muss eine Einteilung von 0,1 ml aufweisen. Das Anzeigegerät muss über einen Zugwiderstand von $1 \text{ kPa} \pm 5 \%$ mit dem Zigarettenhalter des zu prüfenden Rauchmaschinenkanals verbunden sein. Vor dem Einsatz für eine Messreihe muss das Messinstrument zweimal mit einer Detergenzienlösung befeuchtet werden, die danach zwischen 30 s und 45 s ablaufen zu lassen ist.

Es wird empfohlen, die Detergenzienlösung so zu benutzen, wie in dem entsprechenden Handbuch des Netzmittel-Lamellenbürette Lieferanten angegeben.

Die vorbereitete(n) Rauchfalle oder -fallen und Zigarettenhalter werden an der Maschine befestigt. Ein Kunststoff-Adapter, dessen Größe den verwendeten Labyrinthdichtungen im Zigarettenhalter anzupassen ist, wird über das Zugwiderstandsgerät mit der Netzmittel-Lamellenbürette verbunden. Die Vorbereitung der Netzmittel-Lamellenbürette geschieht durch Befeuchten der Innenwandung des Rohres mit der Detergenzienlösung bis über die oberste Markierung. Das Anzeigegerät wird mit dem Zigarettenhalter in Kanal 1 verbunden, und das Zugvolumen wird bestimmt; falls erforderlich, wird das Zugvolumen auf $(35,0 \pm 0,3)$ ml eingestellt. Der Vorgang wird für alle weiteren Kanäle wiederholt.

Die Bestimmungen müssen wiederholt werden, bis die notwendige Genauigkeit der Messung erreicht ist. Wenn die Anzahl der Wiederholungen drei übersteigt, wird so lange fortgefahren, bis die geforderte Genauigkeit erreicht ist. Es wird in diesem Fall aber das Glasfaserfilter vor dem Abrauchen gegen ein neues ausgetauscht, die Rauchfalle abermals gewogen und das Zugvolumen mit dem neuen Glasfaserfilter nochmals überprüft. Die Temperatur und die relative Luftfeuchtigkeit, der die Rauchmaschine umgebenden Luft werden gemessen und der Luftdruck wird notiert.

7.6.4 Abrauchverfahren

7.6.4.1 Die konditionierten Zigaretten der Untersuchungseinheit werden in die Zigarettenhalter eingesetzt, sodass das Stummelende die innerhalb der Rauchfalle befestigte Lochscheibe (Abdeckscheibe) berührt. Undichtigkeiten und Verformungen sind zu vermeiden. Zigaretten mit offensichtlichen Defekten oder Zigaretten, die beim Einsetzen beschädigt wurden, müssen verworfen und durch konditionierte Ersatzzigaretten ersetzt werden.

7.6.4.2 Es ist sicherzustellen, dass die Zigaretten korrekt angeordnet sind, sodass die Achsen der Zigaretten mit den Achsen der Rauchkanäle übereinstimmen. Jede Zigarette ist so anzuordnen, dass der Mechanismus zur Beendigung des Zuges ausgelöst wird, sobald die Glut die Stummellängenmarkierung erreicht hat. Falls das Durchbrennen eines 100 %-Baumwollfadens (48 ± 4) tex zur Beendigung des Abrauchvorganges an der Stummellängenmarkierung verwendet wird, muss der Faden die Zigarette gerade berühren, ohne ihre Position zu verändern.

7.6.4.3 Die Zugzahlzähler werden auf Null gestellt, und jede Zigarette wird zu Beginn ihres ersten Zuges angezündet. Sollte es notwendig sein, eine Zigarette erneut anzuzünden, kann ein elektrischer Anzünder manuell benutzt werden. Wenn die Stummellängenmarkierung erreicht ist, wird die Glut von der Zigarette entfernt, und der abgelesene Endwert des Zugzahlzählers wird notiert. Nachdem der Abrauchvorgang beendet ist, bleibt der Stummel noch mindestens 30 s eingesteckt, um den Niederschlag jedes Restrauches in der Falle zu ermöglichen.

Eine Störung des Abrauchens durch erzwungenes Entfernen der Asche ist zu vermeiden. Die Asche soll von selbst auf den Ascheteller fallen.

7.6.4.4 Bei Rauchmaschinen, bei denen der Filterhalter direkt mit einem einzelnen Zigarettenhalter verbunden ist, ist nach Beendigung des Rauchens jeder Zigarette der Zigarettenstummel zu entfernen und ein Reinigungszug durch jeden Halter durchzuführen. Nach dem Rauchen aller Zigaretten sind vier weitere Reinigungszüge durchzuführen.

ANMERKUNG Wenn fünf Zigaretten geraucht werden, ergeben sich insgesamt neun Reinigungszüge.

7.6.4.5 Für Rauchmaschinen, bei denen mehrere Zigaretten nacheinander auf einem gemeinsamen Glasfaserfilter innerhalb desselben Rauchvorgangs geraucht werden: Nach Abschluss des Rauchvorgangs sind die Zigarettenstummel zu entfernen und fünf Reinigungszüge durchzuführen.

7.6.4.6 Die Gesamtzahl der auf jedem Kanal durchgeführten Züge sind aufzuzeichnen, d. h. Rauchzüge plus Reinigungszüge.

7.6.4.7 Falls gefordert, müssen sofort neue Zigaretten eingesetzt und der Abrauchvorgang wiederholt werden, bis die anhand des Abrauchplans vorab festgelegte Anzahl Zigaretten auf der Rauchfalle abgeraucht worden ist. Mit der Bestimmung des Rohkondensats wird sofort begonnen, wie in 7.7 beschrieben.

7.7 Bestimmung des Rohkondensats

Unter Verwendung von Handschuhen werden die Rauchfallen von der Abrauchmaschine entfernt. Falls notwendig, wird der Zigarettenthaler von der Rauchfalle entfernt.

Die vordere und hintere Öffnung der Falle werden mit den Endkappen (5.8) verschlossen.

Es wird empfohlen, insbesondere nachdem filterlose Zigaretten abgeraucht worden sind, den Zigarettenthaler mit Zigarette von der Rauchfalle seitwärts nach unten gerichtet zu entfernen, um jede mögliche Verunreinigung des Glasfaserfilters aus dem Zigarettenthaler zu vermeiden.

Unmittelbar nach dem Rauchen werden die Rauchfallen auf 0,1 mg gewogen.

Die Rückseite jedes Glasfaserfilters wird auf braune Flecken, die einen Hinweis auf Überladung oder auf ein beschädigtes Glasfaserfilter geben, überprüft. Glasfaserfilter, die derartige Flecken oder Beschädigungen aufweisen, werden verworfen.

Glasfaserfilter mit einem Durchmesser von 44 mm sind in der Lage, bis zu 150 mg Rohkondensat zurückzuhalten. Filter mit einem Durchmesser von 92 mm sind in der Lage, 600 mg Rohkondensat zurückzuhalten. Falls während des Abrauchens diese Menge überschritten wird, muss die Anzahl der Zigaretten je Rauchfalle reduziert und die Berechnung entsprechend der reduzierten Anzahl abgerauchter Zigaretten durchgeführt werden.

7.8 Berechnung des Rohkondensats

Der TPM-Gehalt m_{TPM} für jeden Kanal, ausgedrückt in Milligramm je Zigarette, wird nach folgender Gleichung (2) berechnet:

$$m_{\text{TPM}} = \frac{m_1 - m_0}{q} \quad (2)$$

Dabei ist:

m_0 Masse der Rauchfalle vor dem Abrauchen, in Milligramm;

m_1 Masse der Rauchfalle nach dem Abrauchen, in Milligramm;

q Anzahl der je Rauchfalle abgerauchten Zigaretten.

7.9 Behandlung des Rohkondensats

7.9.1 Extraktionsverfahren

Unter Verwendung von Handschuhen werden die Endkappen von der Rauchfalle entfernt, die Rauchfalle wird geöffnet und das Glasfaserfilter wird mit einer Pinzette entnommen. Das Glasfaserfilter mit dem Rohkondensat wird nach innen doppelt gefaltet. Dabei ist es vorsichtig nur an den Ecken mit der Pinzette und den mit Handschuhen bedeckten Fingern zu berühren. Das zusammengefaltete Glasfaserfilter wird in einen trockenen zweckmäßig geformten Kolben gegeben (maximal 150 ml für 44 mm Glasfaserfilter, maximal 250 ml für 92 mm Glasfaserfilter). Die Innenfläche des Filterhalters wird mit zwei separaten Vierteln eines ungebrauchten konditionierten Glasfaserfilters ausgewischt. Diese werden dem Kolben beigelegt. Das Lösungsmittel (Propan-2-ol, versehen mit den internen Standards für beide Bestimmungen von Nikotin und Wasser) wird in den Kolben pipettiert (20 ml für 44 mm Glasfaserfilter oder 50 ml für 92 mm Glasfaserfilter) (siehe ISO 10315 und ISO 10362-1).

Der Kolben wird sofort verschlossen und mit einem elektrischen Schüttler mindestens 20 min leicht geschüttelt. Dabei darf das Glasfaserfilter nicht zerfasern. Die Zeit des Schüttelns sollte so angepasst werden, dass Nikotin und Wasser vollständig aus dem Rohkondensat extrahiert werden.