

DIN ISO 6488

ICS 65.160

Entwurf

Einsprüche bis 2022-03-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 6488:2005-05 und
DIN ISO 6488
Berichtigung 1:2008-09

**Tabak und Tabakerzeugnisse –
Bestimmung des Wassergehalts –
Karl-Fischer-Verfahren (ISO 6488:2021);
Text Deutsch und Englisch**

Tobacco and tobacco products –
Determination of water content –
Karl Fischer method (ISO 6488:2021);
Text in German and English

Tabac et produits du tabac –
Détermination de la teneur en eau –
Méthode de Karl Fischer (ISO 6488:2021);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-01-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 26 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	8
7 Einstellen des Karl-Fischer-Reagenzes	8
8 Probenahme	9
9 Durchführung	9
9.1 Handhabung der Probe	9
9.2 Untersuchungsprobe	10
9.3 Vorbereitung der Titrationsapparatur	10
9.4 Blindversuch	10
9.5 Bestimmung	11
10 Auswertung	11
11 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	11
12 Untersuchungsbericht	13
Literaturhinweise	14

Tabellen

Tabelle 1 — Ergebnisse des Ringversuches aus dem Jahr 2002	11
Tabelle 2 — Ergebnisse des Ringversuches aus dem Jahr 2009	12
Tabelle 3 — Ergebnisse des Ringversuches aus dem Jahr 2018	13

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6488:2021, die vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

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

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

ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO/TR 22971	siehe	DIN ISO/TR 22971

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 6488:2005-05 und DIN ISO 6488 Berichtigung 1:2008-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Begriff „hochfeuchter Tabak“ wurde gestrichen;
- b) weitere Informationen zu Ringversuchen einschließlich zusätzlicher Probentypen und entsprechender statistischer Daten wurden hinzugefügt;
- c) Berichtigung zum Anwendungswarnvermerk wurde eingearbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

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

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

DIN ISO/TR 22971, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Leitfaden zur Verwendung von ISO 5725-2:1994 bei der Entwicklung, Einführung und statistischen Analyse von Ringversuchsergebnissen zur Wiederhol- und Vergleichpräzision*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126, *Tobacco and tobacco products*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6488:2004), die technisch überarbeitet wurde. Sie enthält auch die Technische Berichtigung ISO 6488:2004/Cor.1:2008.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- der Begriff Tabak mit hoher Feuchtigkeit wurde gestrichen;
- weitere Informationen zu Ringversuchen einschließlich zusätzlicher Probenarten und entsprechender statistischer Daten wurden hinzugefügt.

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

Diese korrigierte Fassung der ISO 6488:2021 enthält die folgenden Korrekturen:

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

Einleitung

Dieses Dokument legt ein Karl-Fischer-Verfahren zur Bestimmung des Wassergehalts von Tabak und Tabakerzeugnissen fest. Unabhängige Ringversuche wurden 2002, 2009 und 2018 durchgeführt. Dieses Verfahren ist anwendbar auf gemahlenen Tabak, eine Reihe von rauchlosen Tabakerzeugnissen, Zigarettenfülltabak und gemahlene Zigarren.

1 Anwendungsbereich

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

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

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

4 Kurzbeschreibung

Die Bestimmung des Wassergehalts einer Probe aus Tabak oder einem Tabakerzeugnis erfolgt unter Anwendung des volumetrischen Verfahrens mittels Extraktion des Wassers durch Schütteln der Probe mit getrocknetem Methanol, anschließender Injektion einer aliquoten Menge in ein Titrationsgefäß, Titration mit pyridin-freiem Karl-Fischer-Reagenz und Berechnung des Wassergehalts. Die Ergebnisse werden als Massenanteil (%) angegeben.

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

5 Reagenzien

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 Karl-Fischer-Reagenz, pyridinfrei und mit einem Wasseräquivalent von etwa 2 mg bis 5 mg je Milliliter Reagenz.

5.2 Methanol, mit einem geringeren Wassergehalt als 0,05 g je 100 g.

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

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

5.3 Trockenmittel: Silicagel, frisch aktiviert.

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

6 Geräte

Übliche Laborgeräte, insbesondere die folgenden Geräte.

Alle Glasgeräte, die bei der Vorbereitung und bei der Wasserbestimmung benutzt werden, müssen auf $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ erhitzt und mindestens 1 h bei dieser Temperatur gehalten werden, nachdem sichtbares Wasser verdampft ist. Die Glasgeräte müssen dann in einem Exsikkator über dem Trockenmittel (5.3) abgekühlt und bis zur Benutzung aufbewahrt werden.

6.1 Karl-Fischer-Apparatur zur automatischen Titration, die aus den in 6.1.1 bis 6.1.5 angegebenen Teilen besteht.

6.1.1 Gerät zum Nachweisen des Titrations-Endpunktes nach dem biamperometrischen Verfahren.

6.1.2 Doppel­elektrode, aus Platin.

6.1.3 Magnet­rührwerk.

6.1.4 Titrationsgefäß.

6.1.5 Automatische Büretten, für das Methanol und das Karl-Fischer-Reagenz.

6.2 Mechanische Schüttelmaschine, auf eine Schüttelfrequenz einstellbare Plattform mit Exzenterbewegung, die für kräftiges Mischen geeignet ist.

6.3 Mikroliterspritze, mit einem Nennvolumen von 50 µl zur Bestimmung des Wasseräquivalents.

6.4 Vollpipetten aus Glas, Klasse A, mit den Nennvolumen von 10 ml und 20 ml nach ISO 648.

6.5 Erlenmeyerkolben, mit den Nennvolumen von 250 ml und 500 ml sowie Kegelschliffhülse mit Stopfen.

6.6 Trockenschrank, der eine Temperatur von $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ aufrechterhält.

7 Einstellen des Karl-Fischer-Reagenzes

In das Titrationsgefäß (6.1.4) ist ausreichend Methanol (5.2) zu geben, um die Spitzen der Elektroden einzutauchen. Jegliche Restlösung (siehe ANMERKUNG) im Titrationsgefäß ist mit dem Karl-Fischer-Reagenz (5.1) auf den Endpunkt zu titrieren.

Mit der Mikroliterspritze (6.3) sind 50 µl Wasser in das Titrationsgefäß zu geben. Um sicherzustellen, dass die Spritze keine Luftblasen enthält, wird sie bis über die 50-µl-Marke gefüllt, umgedreht und die Luftblasen werden durch leichtes Klopfen nach oben befördert. Anschließend ist der Spritzenkolben auf die 50-µl-Marke zu drücken und das überschüssige Wasser an der Nadelspitze mit einem Zellstoff zu entfernen. Alternativ dazu wird die Spritze mit 50 µl Wasser gefüllt und anschließend gewogen. Nach erfolgter Zugabe, ist die Spritze erneut zu wägen und die genaue Masse des Wassers zu notieren.

Die 50 µl Wasser sind in das Titrationsgefäß zu geben, wobei darauf geachtet werden muss, dass das Wasser direkt in die Lösung injiziert wird und keine Tropfen auf den Hals oder die Wände des Gefäßes fallen. Falls das Gefäß mit einem Gummimembranverschluss versehen werden kann, muss dieser verwendet und mit der Nadel durchstoßen werden. Wenn ein Tropfen an der Nadel hängen bleibt, ist dieser durch Berühren der Lösungsoberfläche im Gefäß zu entfernen.