

DIN ISO 8454



ICS 65.160

Einsprüche bis 2020-05-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 8454:2012-02

Entwurf

**Zigaretten –
Bestimmung des Kohlenmonoxidgehalts in der Gasphase von
Zigarettenrauch –
NDIR-Verfahren (ISO 8454:2007 + Amd.1:2009 + Amd.2:2019);
Text Deutsch und Englisch**

Cigarettes –

Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarette smoke –
NDIR method (ISO 8454:2007 + Amd.1:2009 + Amd.2:2019);
Text in German and English

Cigarettes –

Dosage du monoxyde de carbone dans la phase gazeuse de la fumée de cigarette –
Méthode IRND (ISO 8454:2007 + Amd.1:2009 + Amd.2:2019);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-03-06 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, 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 31 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 Geräte	7
6 Standard-Gasmischungen	8
7 Durchführung	8
7.1 Konditionieren	8
7.2 Kalibrieren des NDIR-Analysators	9
7.3 Abrauchen und Sammeln der Gasphase	9
7.3.1 Vorbereitung des Gasphasensammelsystems	9
7.3.2 Abbrauchvorgang	9
7.4 Messen des Kohlenmonoxidgehalts als Volumenkonzentration	9
8 Angabe der Ergebnisse	9
8.1 Berechnung des mittleren Kohlenmonoxidvolumens je Zigarette	9
8.2 Berechnung des mittleren Massegehalts an Kohlenmonoxid je Zigarette	10
9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	10
10 Untersuchungsbericht	11
10.1 Allgemeines	11
10.2 Kenndaten der Zigarette und Identifizierung der Zigarette	11
10.3 Probenahme	12
10.4 Beschreibung der Untersuchung	12
10.5 Untersuchungsergebnisse	13
Literaturhinweise	14

Tabellen

Tabelle 1 — Schätzungen aufgrund der Datenanalyse	11
---	----

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 8454:2007 + Amd. 1:2009 + Amd. 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 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 8454:2012-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Mit der Aufnahme der Änderung ISO 8454:2007/Amd. 2:2019 wird der Abbruchvorgang modifiziert;
- b) Unterabschnitt 7.3.2.1 wird durch Verweis auf ISO 4387 ersetzt;
- c) Unterabschnitte 7.3.2.2 bis 7.3.2.4 wurden gelöscht.

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 5725–1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

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

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

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.

ISO 8454 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126, „*Tobacco and tobacco products*“, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 8454:1995), die technisch überarbeitet wurde.

Einleitung

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 abzurauchen, 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

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Kohlenmonoxidgehalts (CO) in der Gasphase von Zigarettenrauch fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 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*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Gasphase

derjenige Anteil des Rauchs, der die Rauchfalle beim Abrauchen nach ISO 4387 unter Verwendung einer Maschine nach ISO 3308 durchströmt

3.2

Leerzug

jeder Zug, der nach Auslöschen der Zigarette oder Entnahme der Zigarette aus dem Zigarettenhalter getätigt wird

4 Kurzbeschreibung

Die Zigaretten werden nach den in ISO 4387 angegebenen Verfahren abgeraucht. Die Gasphase des dabei erhaltenen Zigarettenrauchs wird gesammelt, und mit Hilfe eines für Kohlenmonoxid kalibrierten, nicht dispergierenden Infrarot-Analysators (NDIR) wird der Kohlenmonoxidgehalt bestimmt. Es wird die Menge an Kohlenmonoxid je Zigarette berechnet.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und insbesondere die Folgenden:

5.1 Konditionierungskammer, die die Bedingungen nach ISO 3402 genau aufrechterhält, zum Konditionieren der Zigarettenprobe vor dem Abrauchen (siehe auch 7.1).

5.2 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen und Zubehör, die die Anforderungen nach ISO 3308 erfüllen.

5.3 Gasphasensammelsystem, das mit einem oder mehreren Rauchkanälen verbunden werden kann. Durch die Verwendung dieses Systems muss sichergestellt sein, dass die Gasphase (die üblicherweise in die Umgebungsluft entweicht) quantitativ gesammelt und in einem vorher evakuierten Behältnis für die anschließende Entnahme durch den NDIR-Analysator aufbewahrt wird.

Das Sammelsystem darf den üblichen Betrieb der Rauchmaschine und die darauf folgende Bestimmung des Rohkondensats und Nikotins nicht beeinträchtigen.

Die Gasphasendichtheit der Gassammelvorrichtung muss mit einer Gasphase geprüft werden, die einen Volumenanteil von 4 % bis 6 % CO enthält. Der CO-Gehalt muss unmittelbar nach dem Füllen der vorher evakuierten Gassammelvorrichtung gemessen werden. Nach einer Zeitspanne von nicht weniger als 2 h darf der gemessene Wert des CO-Gehalts der Gasphase in der Vorrichtung um nicht mehr als 0,2 % (Volumenanteil) von dem in der ersten Bestimmung gemessenen Wert abweichen.

Wird ein Beutel als Gassammelvorrichtung verwendet, muss dieser groß genug sein, um zu vermeiden, dass der Enddruck seines Inhalts den umgebenden Luftdruck überschreitet. Das Volumen des Beutels sollte auch nicht größer als das doppelte Volumen des bei dem umgebenden Luftdruck gesammelten Gasvolumens sein. In der Praxis erfordert das Sammeln der Gasphase von 5 Zigaretten ein Volumen von 3 l, und das Sammeln der Gasphase von 20 Zigaretten erfordert ein Volumen von 10 l.

5.4 Nicht dispergierender Infrarot-Analysator (NDIR), selektiv und kalibriert zum Messen von Kohlenmonoxid in Dämpfen und Gasen.

Analysatoren können von mehreren Herstellern bezogen werden und sollten einen bevorzugten Arbeitsbereich im Volumenanteil von 0 % bis 10 % CO sowie eine Probenahmerate von 0,5 l/min bis 5 l/min haben. Bei konstanter Temperatur und konstantem Druck muss der Analysator eine Genauigkeit von 1 % des gesamten Skalenwertes, eine Linearität von 1 % des gesamten Skalenwertes und eine Wiederholbarkeit von 0,2 % des gesamten Skalenwertes aufweisen. Seine Messanzeige (Volumenanteil) auf 10 % CO₂ darf einen Wert von 0,05 % als CO nicht überschreiten. Seine Messanzeige auf 2 % Wasserdampf darf einen Wert von 0,05 % als CO nicht überschreiten.

5.5 Zündvorrichtung, die flammenloses Anzünden bewirkt. Die Erfahrung hat gezeigt, dass der Zündvorgang die CO-Ausbeute wesentlich beeinflussen kann. Die Anzünder müssen die Zigaretten beim ersten Versuch anzünden, ohne die Zigaretten zu berühren oder vorzuverkohlen. Die CO-Ausbeuten werden durch höhere Zündintensität erhöht.

5.6 Barometer, zum Messen von Luftdrücken auf 0,1 kPa.

5.7 Thermometer, zum Messen der Temperatur auf 0,1 °C.

6 Standard-Gasmischungen

Als Füllgas muss Stickstoff verwendet werden, da andere Gase die Messanzeige für Kohlenmonoxid beeinflussen können. Die eingesetzten Gase sollten eine hohe Reinheit aufweisen (mit einem niedrigen Gehalt an Kohlendioxid) und innerhalb des vom Hersteller angegebenen Zeitraumes verwendet werden.

Der NDIR-Analysator sollte mit mindestens drei Standard-Gasmischungen genau bekannter Konzentrationen kalibriert werden, wobei die Konzentrationen eine relative Abweichung von 2 % aufweisen dürfen. Die Konzentrationen der Standard-Gasmischungen müssen den erwarteten Bereich so abdecken, dass eine Extrapolation der Kalibrierungskurve vermieden wird; üblicherweise sind Volumenfraktionen von etwa 1 %, 3 % und 5 % CO in Stickstoff geeignet.

7 Durchführung

7.1 Konditionieren

Die für diese Untersuchung repräsentative aus der Laborprobe entnommene Untersuchungsprobe wird nach ISO 3402 konditioniert. Es ist zu prüfen, ob der in ISO 3402 beschriebene Gleichgewichtszustand erreicht wurde.

Das Klima in dem Laboratorium, in dem das Abrauchen durchgeführt wird, muss auch dem Prüfklima nach ISO 3402 entsprechen. Die konditionierte Untersuchungsprobe wird in einem luftdichten Behälter (gerade groß genug für die Probe) verwahrt. Die Entnahme der jeweiligen Zigarette aus dem Behälter erfolgt unmittelbar vor dem Abrauchen.

7.2 Kalibrieren des NDIR-Analysators

7.2.1 Der Analysator wird den Empfehlungen des Herstellers entsprechend erwärmt, mit Luft gespült, und der Nullpunkt wird eingestellt.

7.2.2 Ein vorher evakuierter Gasphasensammelbehälter wird mit der Standard-Gasmischung mit einer Volumenfraktion von etwa 5 % CO gefüllt, nochmals evakuiert und wieder mit Gas befüllt. Es ist sicherzustellen, dass Temperatur und Druck des Gases in dem Behälter den Umgebungsbedingungen entsprechen. Mittels der Probenahmepumpe des Systems, die den Druckausgleich im Analysator innerhalb von 5 s bis 10 s zulässt, wird die Messzelle mit dem Gas befüllt. Sobald ein konstanter Wert erreicht ist, wird der vom Analysator angezeigte Messwert notiert.

Sofern erforderlich, ist die Anzeige des Gerätes so zu justieren, dass sie mit dem bestätigten Wert des Standardgases übereinstimmt.

7.2.3 Der in 7.2.2 beschriebene Vorgang wird für wenigstens zwei andere Standard-Gasgemische wiederholt. Sofern die Differenz zwischen dem beobachteten und dem erwarteten Wert der Volumenfraktion mehr als 0,2 % CO beträgt, sollte auf die Linearität des Analysators geachtet werden.

7.2.4 Mit Hilfe der Standardgase wird das Gerät mindestens einmal je Woche erneut kalibriert. Die Kalibrierung muss innerhalb der in 5.4 angegebenen Grenzen linear erfolgen.

7.2.5 Vor der Messung wird die Kalibrierung mit Hilfe des Standardgases, das eine Volumenfraktion von etwa 5 % Kohlenmonoxid enthält, überprüft. Sofern die Differenz zwischen den beobachteten und den erwarteten Werten der Volumenfraktion mehr als 0,2 % CO beträgt, wird die gesamte Kalibrierung wiederholt.

7.3 Abrauchen und Sammeln der Gasphase

7.3.1 Vorbereitung des Gasphasensammelsystems

Das System wird nach der Betriebsanleitung vorbereitet.

Es ist sicherzustellen, dass die Gasphasensammelvorrichtung vor dem Beginn des Abrauchvorgangs vollständig mit Raumluft gespült und evakuiert wurde. Es darf sich vor dem Abrauchen kein Vakuum oberhalb der Sammelvorrichtung befinden.

7.3.2 Abrauchvorgang

7.3.2.1 Die Zigaretten werden nach dem in ISO 4387 festgelegten Verfahren abgeraucht.

7.4 Messen des Kohlenmonoxidgehalts als Volumenkonzentration

7.4.1 Die Kalibrierung des Analysators wird noch einmal überprüft (siehe 7.2.5). Anschließend wird die Gasphase in die Messzelle des Analysators geleitet, wobei die gleiche Umgebungstemperatur und der gleiche Umgebungsdruck wie bei der Probenahme und die gleiche Gasflussrate wie bei der Kalibrierung herrschen müssen. Der Messwert, der als Kohlenmonoxidkonzentration angezeigt wird, wird abgelesen. Eine Neukalibrierung kann notwendig werden, wenn sich der Umgebungsdruck um mehr als 10 kPa geändert hat und der CO-Analysator über keinen internen Abgleich verfügt.

7.4.2 Am Ende jedes Abrauchganges muss der Gasphasensammelbehälter geleert werden. Im Anschluss daran ist das Gerät für den nächsten Abrauchvorgang, beginnend bei 7.3.2.1, bereit.

8 Angabe der Ergebnisse

8.1 Berechnung des mittleren Kohlenmonoxidvolumens je Zigarette

Das mittlere Kohlenmonoxidvolumen je Zigarette ergibt sich aus Gleichung (1):

$$V_{\text{as}} = \frac{C \times V \times N \times p \times T_0}{S \times 100 \times p_0 \times (t + T_0)} \quad (1)$$

Dabei ist

- V_{as} das mittlere Kohlenmonoxidvolumen je Zigarette, in Milliliter;
- C der gemessene Kohlenmonoxidgehalt, in Volumenprozent;
- V das Zugvolumen, in Milliliter;
- N die Anzahl der Züge (einschließlich der Leerzüge) in der gemessenen Probe;
- p der Umgebungsdruck, in Kilopascal;
- p_0 der Standard-Atmosphärendruck, in Kilopascal;
- S die Anzahl der abgerauchten Zigaretten;
- T_0 die Temperatur für den Tripelpunkt von Wasser, in Kelvin;
- t die Umgebungstemperatur, in Grad Celsius.

In der Berechnung können die folgenden Werte verwendet werden:

$V = 35$ ml und gerundete Werte für p_0 (101,3 kPa) und T_0 (273 K).

8.2 Berechnung des mittleren Massegehalts an Kohlenmonoxid je Zigarette

Der mittlere Massegehalt an Kohlenmonoxid je Zigarette ergibt sich aus Gleichung (2):

$$m_{\text{cig}} = V_{\text{as}} \times \frac{M_{\text{CO}}}{V_{\text{m}}} \quad (2)$$

Dabei ist

- m_{cig} der mittlere Massegehalt an Kohlenmonoxid je Zigarette, in Milligramm;
- M_{CO} die molare Masse von Kohlenmonoxid, in Gramm je Mol;
- V_{m} das molare Volumen eines idealen Gases, in Liter je Mol.

In der Berechnung können die folgenden Werte verwendet werden:

Gerundete Werte für M_{CO} (28 g/mol) und V_{m} (22,4 l/mol).

9 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision

Ein internationaler Ringversuch [1], der unter Beteiligung von 58 Laboratorien an acht Proben (sieben handelsübliche Marken und das „CORESTA monitor test piece“ CM4) im Jahr 2003 durchgeführt wurde, ergab für dieses Verfahren die folgenden Werte.

Die Differenz zweier Einzelergebnisse, die mit gleichwertigen Zigarettenproben von demselben Untersucher an demselben Gerät innerhalb des kleinstmöglichen Zeitintervalls erhalten wurde, überschreitet den Wert für