

**Einheitliche Vorschriften
für die Analyse von Tabak und Tabakrauch**

Herausgegeben von der Wissenschaftlichen Forschungsstelle im Verband der Cigarettenindustrie

(NOVEMBER 1960)

1. VORSCHRIFT FÜR DAS MASCHINELLE ABRAUCHEN VON CIGARETTEN

1. 1. Allgemeine Abrauchbedingungen

1. 1. 1. Zugbedingungen	Zugvolumen	35 ml/Zug,
	Zugdauer	2 sec,
	Zughäufigkeit	1 Zug/min.
	Stummellänge	23 mm

Falls die Standardstummellänge nicht eingehalten werden kann, weil der Belag länger ist als 22 mm, gilt die Regel:

$$\text{Stummellänge} = \text{Belaglänge} + 1 \text{ mm.}$$

1. 1. 2. *Zugzahl* Die Zugzahl ergibt sich automatisch aus den anderen vier Bedingungen. Durch strenge Selektionierung der Cigaretten ist dafür zu sorgen, daß die Zugzahl für alle Cigaretten einer Analysengruppe gleich ist. Die effektive Zugzahl wird zusammen mit den anderen Analysendaten angegeben.

1. 2. Selektionierung und Konditionierung

1. 2. 1. *Probeentnahme* Die Cigaretten werden möglichst weitstreuend dem Handel entnommen. Die Zahl der notwendigen Cigaretten ist abhängig von der Güte der Cigaretten, von den Selektionsbedingungen und von der Zahl der Analysengänge. (Erfahrungsgemäß sind etwa 10% brauchbar, d. h. für zwei Analysengänge zu je 10 Cigaretten werden mindestens 200 Cigaretten benötigt.)

1. 2. 2. *Konditionierung* Die Cigaretten sind bei 65–60% relativer Luftfeuchtigkeit und einer Temperatur von 20–25° C zum hygroskopischen Gleichgewicht zu konditionieren. (Um die Konditionierungszeit zu verkürzen, erfolgt die Konditionierung am besten in geschlossenen Gefäßen mit Luftumwälzung über einer gesättigten und bewegten Ammoniumnitratlösung mit Bodenkörper. Nach der Konditionierung sollen die in verschiedenen Kammern befindlichen Cigaretten der gleichen Sorte mit einer Toleranz von $\pm 0,2\%$ H₂O in der Tabakfeuchtigkeit übereinstimmen.)

1. 2. 3. *Selektion nach Gewicht* Nach Bestimmung des Durchschnittsgewichtes werden alle Cigaretten, die um mehr als ± 20 mg vom Durchschnitt abweichen, ausgesondert. (Zur Selektionierung dient zweckmäßigerweise eine automatische Sortierwaage.)

1. 2. 4. *Selektion nach Zugwiderstand* Vor der Zugwiderstandsmessung sind alle innerhalb der Gewichtstoleranz von ± 20 mg um das Durchschnittsgewicht liegenden Cigaretten durch freien Fall in einem Glasrohr von 10 mm lichtem Durchmesser und 500 mm Höhe auf eine Glasunterlage zum Mundstück hin zu stauchen. Dann wird der Zugwiderstand von mindestens 30 Cigaretten bei einer Luftströmung von 17,5 ml/sec ermittelt, der Mittelwert dient als Sollwert. Alle Cigaretten, deren Zugwiderstand um mehr als $\pm 4\%$ vom Sollwert abweicht, sind auszuscheiden. (Der Strömungsmesser des Zugwiderstandsmeßgerätes ist mit Hilfe einer Seifenlamellen-Bürette nachzueichen.)

1. 2. 5. *Selektion auf Nebenluft* Bei allen zur Analyse ausgewählten Cigaretten ist ferner zu prüfen, ob die Filterbeläge einwandfrei kleben. Cigaretten mit fehlerhafter Nebenluft sind auszuscheiden.

1. 2. 6. *Endgültige Konditionierung* Nach Abschluß der Selektionierung ist die Konditionierung nach 1. 2. 2. zu wiederholen. Danach werden lediglich die Durchschnittsgewichte für die einzelnen Analysengänge bestimmt, im übrigen werden die Cigaretten bis zum Abrauchen verschlossen aufbewahrt.

1. 3. Abrauchvorgang

1. 3. 1. *Rauchapparatur* Die Rauchapparatur soll nach dem Prinzip der Volumen- oder der Strömungskonstanz arbeiten. Angestrebt wird ein möglichst rechteckiges Zugprofil. Zur Befestigung der Cigaretten dienen künstliche Lippen.

1. 3. 2. *Überprüfung der Apparatur* Vor Beginn der Abrauchversuche ist zu prüfen, ob tatsächlich innerhalb von 2 sec ein Volumen von 35 ml die Cigaretten durchströmt. Deshalb ist die Rauchapparatur stets auf den jeweiligen Zugwiderstand der zu verrauchenden Cigaretten im frisch-entzündeten Zustand einzustellen. (Zur Messung des Zugvolumens dient eine Lamellenbürette, die in einen Vorstoß ausläuft. In die künstliche Lippe der Rauchapparatur wird ein Filterstab eingesetzt, dessen Zugwiderstand dem der frisch entzündeten Cigaretten gleicht. Im allgemeinen liegt der Zugwiderstand einer frisch entzündeten Cigarette um etwa 20–30 mm WS höher als der Zugwiderstand vor dem Anzünden. Der Vorstoß wird dann über Filterstab und künstliche Lippe geschoben und luftdicht abgeschlossen. Auf diese Weise ist sichergestellt, daß das gesamte durch die Cigarette strömende Volumen gemessen wird.)

1. 3. 3. *Niederschlagung des Rauches* Für analytische Zwecke wird der Rauch elektrostatisch in Glasrohren niedergeschlagen. An der Spitzenelektrode soll zu Beginn des Abrauchvorganges eine Spannung von etwa 20 000 V erzeugt werden. Diese Spannung muß mindestens 2 min vor dem Anzünden der ersten Cigarette eingeschaltet werden. Für jeden Analysengang, also auf einem Niederschlagsrohr, sind mindestens 5, besser 10 bis 15 Cigaretten abzurauchen. Die Cigaretten werden gelöscht und entfernt, wenn sie bis auf die vorgesehene Stummellänge, also auf einen Rest von 23 mm abgeraucht sind.

1. 4. Berechnung der verrauchten Tabakmenge

Von 10, besser 20 Cigaretten werden Papier, Belag und Filter (einschl. Leim) entfernt und gewogen. Daraus ergibt sich das durchschnittliche Gewicht P dieser Cigarettenbestandteile in mg/Cigarette. Das Tabakgewicht T in mg/Cigarette ergibt sich als Differenz:

$$T = G - P$$

G = vor dem Abrauchen ermitteltes Durchschnittsgewicht der Cigaretten eines Analysenganges.

Für die verrauchte Tabakmenge (feucht) T_f folgt:

$$T_f = T \cdot \frac{(L - L_s)}{(L - L_f)} = (G - P) \frac{(L - L_s)}{(L - L_f)}$$

L = Gesamtlänge der Cigarette

L_s = Länge des Cigarettenstummels

L_f = Länge des Filters

Für die verrauchte Tabakmenge (trocken) T_t folgt:

$$T_t = \frac{(100 - F) (G - P) (L - L_s)}{100 \cdot (L - L_f)}$$

F = Feuchtigkeit in % H_2O (Bestimmt nach Vorschrift 5)

2. VORSCHRIFT FÜR DIE BESTIMMUNG DER GESAMTKONDENSATE VON CIGARETTENRAUCH

2. 1. Bestimmung durch elektrostatische Niederschlagung

2. 1. 1. *Vorbereitung der Niederschlagsrohre* Die Niederschlagsrohre sind nach gründlicher Reinigung zu trocknen und im Exsikkator über Silicagel aufzubewahren. Vor dem Abrauchen ist das Leergewicht zu bestimmen.

2. 1. 2. *Niederschlagung des Cigarettenrauches* Nach dem Einsetzen der Niederschlagsrohre in die Rauchapparatur wird der Cigarettenrauch nach Vorschrift 1 elektrostatisch niedergeschlagen. (Zur Bestimmung des feuchten Gesamtkondensates werden die Niederschlagsrohre nach dem Abrauchen sofort gewogen.)

2. 1. 3. *Trocknung der Niederschlagsrohre* Die Niederschlagsrohre mit den feuchten Rauchkondensaten sind bis zur Gewichtskonstanz bei Zimmertemperatur und Normaldruck im Exsikkator über Silicagel zu trocknen.

2. 1. 4. *Bestimmung des trockenen Gesamtkondensates* Das trockene Gesamtkondensat wird durch Wägung bestimmt. Die Werte werden in mg/Cigarette angegeben. (Zur Lösung von Rauchkondensaten eignet sich am besten Aceton.)

2. 2. *Bestimmung durch andere Niederschlagsverfahren*

Sollte aus apparativen Gründen eine elektrostatische Niederschlagung unmöglich sein, so sollte die Niederschlagung in Kühlfallen oder in Watte erfolgen. Nasse Niederschlagsverfahren sind abzulehnen.

3. VORSCHRIFT FÜR DIE ABTRENNUNG UND BESTIMMUNG EINZELNER FRAKTIONEN DER GESAMTKONDENSATE

3. 1. *Bestimmung der chloroformlöslichen Fraktion des Gesamtkondensats*

3. 1. 1. *Lösung des Rauchkondensats* Die Lösung des Rauchkondensats erfolgt in Chloroform – Salzsäure. Das Niederschlagsrohr wird auf einen 100 ml fassenden Scheidetrichter aufgesetzt und mittels einer Mikrospritzflasche die Innenwandung des Zylinders mit insgesamt 20 ml Chloroform in kleinen Portionen benetzt, wobei praktisch die gesamte Menge der lipophilen Bestandteile abfließt. Das Niederschlagsrohr ist auf der Seite mit dem großen Durchmesser mit einem Normalschliff versehen, auf welchen jetzt ein Hülsenschliffstopfen aufgesetzt wird. Nun wird dieses Gefäß durch vorsichtiges Nachspülen von der verjüngten Stelle aus mit insgesamt 5 ml Chloroform und anschließend mit 20 ml 0,1-n Salzsäure von den am verengten Rohr stets haftenden Kondensaten befreit, diese Verjüngung ebenfalls mit einem Hülsenschliffstopfen verschlossen und durch zehnmaliges Schütteln die Restmengen der lipophilen und hydrophilen Bestandteile herausgelöst. Schließlich wird die Innenwandung mit so viel Chloroform und 0,1-n Salzsäure gespült, daß die Menge beider Flüssigkeiten je 30 ml beträgt.

3. 1. 2. *Abtrennung der lipophilen Anteile* Nach 25maligem Schütteln des Scheidetrichters werden die lipophilen Bestandteile von der wässrigen Lösung getrennt, wobei darauf zu achten ist, daß die Lösungen nicht zu lange stehen bleiben, um evtl. Polymerisationen der lipophilen Kondensate zu vermeiden. Da sich die lipophilen Bestandteile hartnäckig Wasser anschließen, ist auf eine sorgfältige Trennung der beiden Schichten im Scheidetrichter zu achten. Die lipophile Lösung enthält neben den gelösten Bestandteilen noch geringe Mengen an Flugasche, insbesondere, wenn filterlose Cigaretten verrauchert worden sind. Deshalb ist es notwendig, die Chloroformlösung durch ein Glasfilter 1 G 3 zu filtrieren und das Filter und den Trichter mit insgesamt 10 ml Chloroform nachzuspülen.

3. 1. 3. *Eindampfen und Trocknen des lipophilen Extrakts* Das Filtrat wird unter Nachspülen mit Chloroform aus der kleinen Saugflasche in eine gewogene Petrischale von 80 bis 100 mm Ø umgegossen. In dieser Schale läßt man das Chloroform bei Raumtemperatur offen an der Luft verdunsten. Durch einen geeigneten Schirm ist zu verhindern, daß Staub in die Schale fällt. Man überzeugt sich geruchlich davon, daß das Chloroform quantitativ abgedunstet ist. Sollte dies nicht der Fall sein, muß die Schale entsprechend länger stehenbleiben. Der Rückstand wird im Trockenschrank bei 120° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Durch Wägung der Schalen mit den getrockneten Extrakten ermittelt man die Menge an chloroformlöslichen Kondensanteilen. Die Werte werden in mg/Cigarette angegeben.