

Application Bulletin

Von Interesse für: Tabakindustrie; Pharmazie

B 1, 3, 4, 7

Polarographische Bestimmung von Nicotin

Zusammenfassung

Das Alkaloid Nicotin, das ein wesentlicher Bestandteil der Tabakpflanze ist, lässt sich quantitativ mittels Polarographie bestimmen. Die Bestimmungsgrenze liegt bei weniger als 0,1 mg/L im Polarographiegefäß.

Geräte und Zubehör

- VA Trace Analyzer 746 mit VA-Stand 747 oder
- VA Computrace 757

Reagenzien

Alle verwendeten Reagenzien sollten von höchstmöglicher Reinheit sein (p.a. oder «suprapur»). Es sollte nur Reinstwasser verwendet werden.

- Essigsäure, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 96\%$
- Phosphorsäure, $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$, puriss. p.a.
- Borsäure, puriss. p.a.
- Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/L}$
- Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$
- (\pm)-Nicotin, CAS 22083-74-5

Gebrauchsfertige Lösungen

- Grundelektrolyt: **Britton-Robinson-Puffer pH = 6,0:**
 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$
2,5 g Borsäure werden in 50 mL $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ gelöst. Nach Zugabe von 4,6 g (2,7 mL) $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$ sowie 2,5 g (2,35 mL) $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 96\%$ wird mit Wasser auf 100 mL aufgefüllt.
- Nicotin-Standardlösung: $\rho(\text{Nicotin}) = 1 \text{ g/L}$ in Wasser

Probenvorbereitung

Bestimmung des Nicotins in Tabak

1 g Tabak wird im 100-mL-Messkolben mit 50 mL dest. Wasser und 1 mL c(NaOH) = 2 mol/L versetzt, gelegentlich gemischt und für mindestens 12 h stehen gelassen. Nach dieser Zeit füllt man mit dest. Wasser zur Marke auf, mischt und filtriert.

Bestimmung des Nicotins in Tabakrauch

Der Tabakrauch wird durch eine Glasfritte (G1) geleitet und in 50 mL Grundelektrolyt aufgefangen.

Analyse

10 mL Grundelektrolyt + 100 µL ... 1 mL Filtrat (Probenlösung eventuell verdünnen)
oder
10 mL Absorptionslösung

Das Polarogramm wird unter den folgenden Bedingungen aufgenommen:

| | |
|--------------------|----------|
| working electrode | DME |
| stirrer speed | 2000 rpm |
| mode | DP |
| purge time | 300 s |
| equilibration time | 30 s |
| pulse amplitude | 50 mV |
| start potential | -1000 mV |
| end potential | -1500 mV |
| voltage step | 6 mV |
| pulse time | 40 ms |
| voltage step time | 0.6 s |
| sweep rate | 10 mV/s |
| peak potential | -1280 mV |

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt durch Standardaddition.

Bemerkungen

- Da Nicotin lichtempfindlich ist, empfiehlt es sich, die Standardlösung in einem lichtundurchlässigen Gefäß aufzubewahren und regelmässig zu erneuern.
- Es wurde auch versucht, die Nicotinbestimmung mit Grundelektrolyten anderen pH-Werts durchzuführen. Bei tieferen pH-Werten besteht jedoch keine Proportionalität mehr zwischen Konzentration und Peakhöhe, und im alkalischen Bereich verliert die Bestimmung stark an Empfindlichkeit.
- Der lineare Arbeitsbereich liegt zwischen 0,1 mg/L und 10 mg/L Nicotin im Messgefäß. Höhere Konzentrationen müssen verdünnt werden.

Literatur

- Krjukowa, Sijakowa, Arefjewa
Polarographische Analyse
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1964.

Abbildungen

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Method: AB057 .mth OPERATION SEQUENCE
Title : Determination of nicotine with DME. AB 57
    
```

| | Instructions | t/s | Main parameters | Auxiliary parameters | |
|----|--------------|-------|---------------------|----------------------|----------|
| 1 | DOS/M | | V.added 10.000 mL | | |
| 2 | REM | | 10 mL buffer | | |
| 3 | PURGE | | | | |
| 4 | STIR | 300.0 | Rot.speed 2000 /min | | |
| 5 | OPURGE | | | | |
| 6 | SMPL>M | | V.fraction 1.000 mL | V.total | 0.1 L |
| 7 | (ADD | | | | |
| 8 | PURGE | | | | |
| 9 | STIR | 60.0 | Rot.speed 2000 /min | | |
| 10 | SEGMENT | | Segm.name pol | | |
| 11 | ADD>M | | Soln.name nic-Std | V.add | 0.020 mL |
| 12 | ADD)2 | | | | |
| 13 | END | | | | |

```

Method: AB057 SEGMENT
                pol
    
```

| | Instructions | t/s | Main parameters | Auxiliary parameters | |
|----|--------------|------|---------------------|----------------------|---------|
| 1 | (REP | | | | |
| 2 | OSTIR | | | | |
| 3 | OPURGE | 5.0 | | | |
| 4 | DME | | | | |
| 5 | DPMODE | | U.ampl -50 mV | t.meas | 20.0 ms |
| | | | t.step 0.60 s | t.pulse | 40.0 ms |
| 6 | SWEEP | 52.2 | U.start -1000 mV | U.step | 6 mV |
| | | | U.end -1500 mV | Sweep rate | 10 mV/s |
| 7 | STIR | 2.0 | Rot.speed 2000 /min | | |
| 8 | OMEAS | | U.standby mV | | |
| 9 | REP)1 | | | | |
| 10 | END | | | | |

Abb. 1: Methode für die Bestimmung von Nicotin mit dem VA Trace Analyzer 746.

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Determ.      : 06100915          User:          Date: 1999-06-10
Modified     : no                Run : 0           Time: 09:15:24
Sample table: -
    
```

```

-----
Pos.  Ident.1/S1  Ident.2/S2  Ident.3/S3  Method.call  Sample size/S0
-----
      nicotine          1.0                1 g
-----
Method : AB057
Title  : Determination of nicotine with DME. AB 57
Remark1: Determination of nicotine
Remark2:
    
```

```

Substance : nicotine          Comments
Mass conc.: 3.769 mg/L       Mass      : 3.769 ug
MC.dev.   : 0.120 mg/L (3.18%)  Add.mass : 2 ug
Cal.dev.  : -                 V0.sample: 1 mL
    
```

| VR | U/mV | I/nA | I.mean | Std.dev. | I.delta | Comments |
|----|-------|--------|--------|----------|---------|----------|
| 00 | -1276 | -32.12 | -32.54 | 0.5921 | | |
| 01 | -1276 | -32.96 | | | | |
| 10 | -1272 | -50.87 | -50.79 | 0.1133 | -18.25 | |
| 11 | -1273 | -50.71 | | | | |
| 20 | -1270 | -67.08 | -67.15 | 0.0893 | -16.36 | |
| 21 | -1270 | -67.21 | | | | |

| Substance | Techn. | Y.reg/offset | Slope | Nonlin. | Mean deviat. |
|-----------|----------|--------------|------------|---------|--------------|
| nicotine | std.add. | -3.284e-08 | -9.585e-05 | | 6.101e-10 |

| Final results | +/- | Res.dev. | % | Comments |
|------------------------|-----|----------|------|----------|
| nicotine = 376.93 ug/g | | 12.0 | 3.18 | |

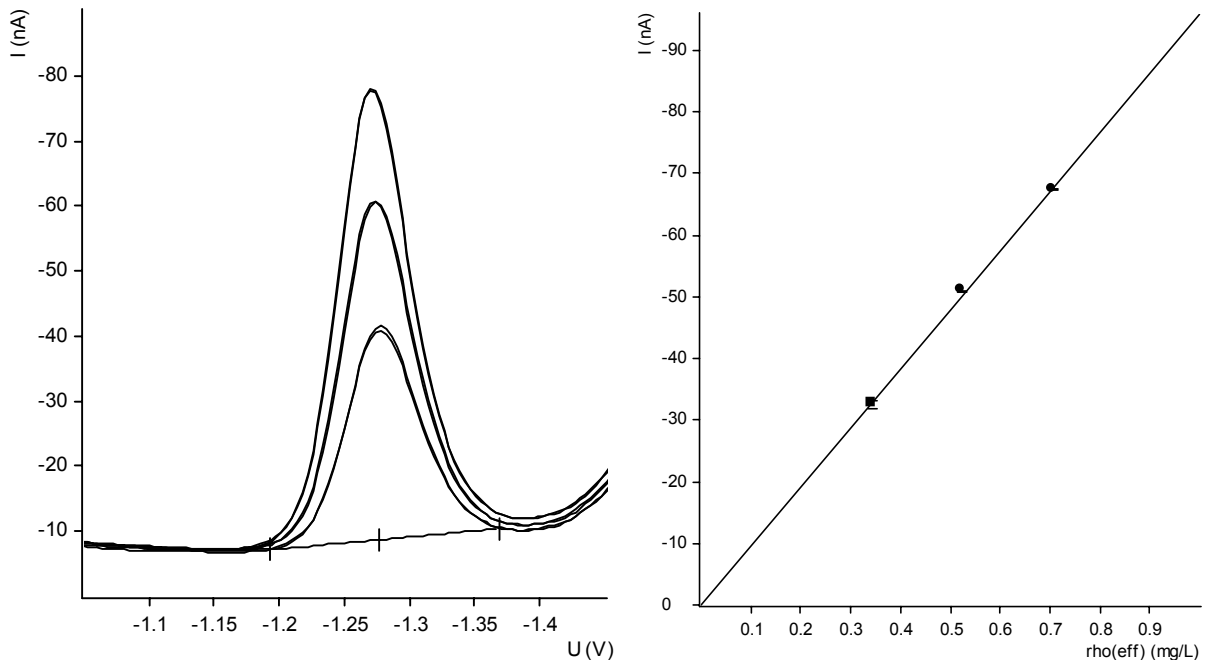


Abb. 2: Beispiel einer Nicotinbestimmung mit dem VA Trace Analyzer 746.