

Application Bulletin

D'intérêt pour: Industrie du tabac; Industrie pharmaceutique

B 1, 3, 4, 7

Détermination polarographique de la nicotine

Résumé

La nicotine – un alcaloïde qui représente un constituant essentiel du tabac – peut être déterminée quantitativement par polarographie. La limite de détermination est inférieure à 0,1 mg/L dans le vase de polarographie.

Appareils et accessoires

- VA Trace Analyzer 746 avec Poste VA 747 ou
- VA Computrace 757

Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être aussi purs que possible (p.a. ou «suprapur»). Seule de l'eau extra-pure doit être utilisée.

- Acide acétique, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 96\%$
- Acide phosphorique, $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$, puriss. p.a.
- Acide borique, puriss. p.a.
- Soude caustique, $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/L}$
- Soude caustique, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$
- (\pm)-Nicotine, CAS 22083-74-5

Solutions prêtes à l'emploi

- Électrolyte de base: **Tampon Britton-Robinson pH = 6,0:**
 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,4 \text{ mol/L}$
 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$
Dissoudre 2,5 g d'acide borique dans 50 mL de $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$. Ajouter 4,6 g (2,7 mL) de $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$ et 2,5 g (2,35 mL) de $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 96\%$, puis compléter à 100 mL avec de l'eau.
- Solution standard de nicotine: $\rho(\text{nicotine}) = 1 \text{ g/L}$ dans de l'eau

Préparation de l'échantillon

Détermination de la nicotine dans le tabac

Placer 1 g du tabac dans un ballon gradué de 100 mL, ajouter 50 mL d'eau distillée et 1 mL de $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$, agiter de temps en temps et laisser reposer pendant au moins 12 h. Après ce temps, compléter à la marque avec de l'eau distillée, mélanger et filtrer.

Détermination de la nicotine dans la fumée de tabac

Faire passer la fumée de tabac à travers une membrane de verre frittée (G1) et l'absorber dans 50 mL d'électrolyte de base.

Analyse

10 mL d'électrolyte de base + 100 μL ... 1 mL du filtrat (éventuellement diluer la solution d'échantillon)

ou

10 mL de la solution d'absorption

La polarogramme est enregistré utilisant les paramètres suivants:

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

La concentration est déterminée par la méthode des additions standards.

Remarques

- Comme la nicotine est sensible à la lumière, il est recommandé de conserver la solution standard dans un récipient opaque et de la renouveler fréquemment.
- Nous avons également essayé de déterminer la nicotine utilisant des électrolytes de base de valeurs pH différentes. Avec des valeurs pH plus basses cependant, la proportionnalité entre la concentration et la hauteur du pic n'existe plus. Avec des valeurs alcalines, la détermination perd alors énormément en sensibilité.
- La gamme de linéarité se situe entre 0,1 mg/L et 10 mg/L de nicotine dans le vase de mesure. Les concentrations plus élevées doivent être préalablement diluées.

Littérature

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

Figures

```

===== 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
2  REM          V.added 10.000 mL
3  PURGE       10 mL buffer
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
    
```

Fig. 1: Méthode pour la détermination de la nicotine avec le 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        -----
MC.dev.   : 0.120 mg/L (3.18%)  Mass      : 3.769 ug
Cal.dev.  : -                  Add.mass  : 2 ug
                                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	

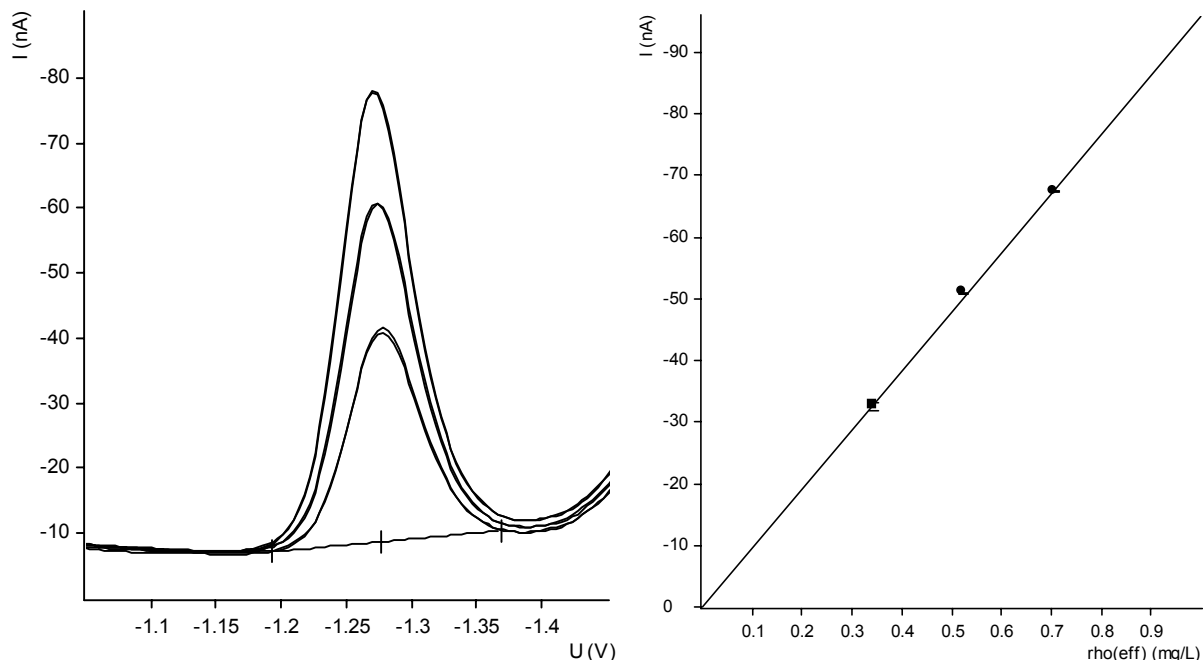


Fig. 2: Exemple d'une détermination de nicotine avec le VA Trace Analyzer 746.