

Application Bulletin

Von Interesse für: Pharmazie; Lebensmittel, Getränke;
Biochemie, Biologie

B 4, 7, 8

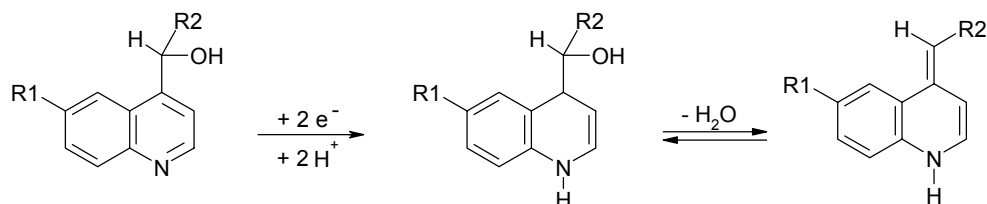
Polarographische Chininbestimmung

Zusammenfassung

Das Bulletin beschreibt eine einfache polarographische Methode zur Bestimmung von Chinin in Getränken und Tabletten. Während sich Chinin in Getränken direkt bestimmen lässt, muss es aus Tabletten extrahiert werden. Die Bestimmungsgrenze liegt bei 0,2 mg/L bzw. 4 µg/Tablette.

Theorie

Bei nicht zu hohen pH-Werten kann Chinin polarographisch reduziert werden. Durch Eliminierung wird anschliessend Wasser abgespalten:



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.

- Phosphorsäure, w(H₃PO₄) = 85%
- Essigsäure, w(CH₃COOH) = 100%
- Natronlauge, c(NaOH) = 2 mol/L
- Schwefelsäure, c(H₂SO₄) = 1 mol/L
- Borsäure, CAS 10043-35-3
- Chinin, purum, CAS 130-95-0

Gebrauchsfertige Lösungen

- Grundelektrolyt pH = 7,0: $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 40 \text{ mmol/L}$
 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 40 \text{ mmol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40 \text{ mmol/L}$
 2,7 mL $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$, 2,3 mL $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ sowie 2,5 g Borsäure werden in dest. Wasser gelöst. Man stellt den pH-Wert der Lösung mit $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ auf 7,0 ein und füllt mit dest. Wasser auf 1 L auf.
- Chinin-Standardlösung, $\rho(\text{Chinin}) = 1000 \text{ mg/L}$:
 100 mg Chinin werden mit 0,4 mL $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ versetzt, in dest. Wasser gelöst und auf 100 mL aufgefüllt.

Probenvorbereitung

- Getränke können direkt analysiert werden.
- Tabletten werden zerstoßen und dann mit 50 mL dest. Wasser und 1 mL $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ während 5 min aufgeschlämmt. Nach Ablauf dieser Extraktionszeit filtriert man in einen 100-mL-Messkolben, spült mit dest. Wasser nach und füllt zur Marke auf.

Analyse

5 mL Grundelektrolyt und eine Probenmenge, die nicht mehr als 0,2 mg Chinin enthält, werden ins Polarographiegefäß gegeben. Man füllt mit dest. Wasser auf 10 mL auf. Der pH-Wert der Messlösung soll 7,0 betragen.

Das Polarogramm wird unter den folgenden Bedingungen aufgenommen:

working electrode	DME
stirrer speed	2000 rpm
mode	DP
purge time	300 s
equilibration time	5 s
pulse amplitude	50 mV
start potential	-800 mV
end potential	-1250 mV
voltage step	6 mV
voltage step time	0.40 s
sweep rate	15 mV/s
peak potential	-1030 mV

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt durch Standardaddition.

Bemerkung

Oberhalb 40 mg/L Chinin ist die Standardadditionskurve nicht mehr linear.

Literatur

- G. Sonntag, G. Kainz
 Bestimmung von Chinin in Tonic-Wässern und Limonaden mit Differential-Pulspolarographie
 Microchim. Acta 2, 1977, 425–436.
- M. Brezina, P. Zuman
 Die Polarographie in der Medizin, Biochemie und Pharmazie
 Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1956, 327–331.

Abbildungen

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Method: AB126_2 .mth                      OPERATION SEQUENCE
Title : Determination of quinine with DME. AB 126 part 2
    
```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	DOS/M		V.added 9.000 mL	
2	REM		5 mL electrolyte pH 7.0 + 4 ml water	
3	SMPL>M		V.fraction mL	V.total L
4	PURGE			
5	STIR	300.0	Rot.speed 2000 /min	
6	(ADD			
7	PURGE			
8	STIR	10.0	Rot.speed 2000 /min	
9	SEGMENT		Segm.name pol	
10	ADD>M		Soln.name quin-std	V.add 0.020 mL
11	ADD)2			
12	END			

```

Method: AB126_2                      SEGMENT
                                      pol
    
```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	OPURGE			
2	OSTIR	10.0		
3	(REP			
4	DME			
5	DPMODE		U.ampl -50 mV	t.meas 30.0 ms
			t.step 0.40 s	t.pulse 40.0 ms
6	SWEEP	31.2	U.start -800 mV	U.step 6 mV
			U.end -1250 mV	Sweep rate 15 mV/s
7	OMEAS		U.standby mV	
8	REP)1			
9	PURGE			
10	STIR		Rot.speed 2000 /min	
11	END			

```

Method: AB126_2                      SUBSTANCES
                                      quinine - pol
    
```

Recognition		Display / Plot	
U.verify	-1086 mV	I.scale	auto
U.tol (+/-)	50 mV	U.div	50.00 mV/cm
U.width min	10 mV	U.begin	-800 mV
U.width max	200 mV	U.end	-1250 mV
I.threshold	200 pA		

Baseline		Evaluation	
Type	linear	Mode	VA
Scope	whole	Quantity	I.peak
dU.front	auto	Sign. digits	4
S.front	auto		
dU.rear	auto		
S.rear	auto		

Calibration		Coefficients	
Technique	2000-11-27 19:28:07	Y.reg	-5.131e-08
Curve type	std.add.	Slope	-1.711e-05
	linear	Nonlin.	
		Mean dev.	5.908e-10

Additions				
Soln.name	quin-std			
Mass conc.	1 g/L	g/L	g/L	g/L
Range min	g/L	g/L	g/L	g/L
Range max	g/L	g/L	g/L	g/L
M.conc./cm	g/L	g/L	g/L	g/L

```

Method: AB126_2                      CALCULATION
                                      max. 15 lines
    
```

Quantity	Formula (R##, C##, A##)	Res.unit	Sig.dig.
quinine	R1000=MC:quinine	#g/L	5

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

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Determin.: 06010758      User:      Date: 1999-06-01
Modified  : 1999-06-01 08:10:30  Run : 0      Time: 07:58:30
Sample table: -
    
```

```

-----
Pos.  Ident.1/S1  Ident.2/S2  Ident.3/S3  Method.call  Sample size/S0
-----
      quinine
-----
Method : AB126_2
Title  : Determination of quinine with DME. AB 126 part 2
Remark1: Determination of quinine
Remark2: in Bitter Lemon
-----
    
```

```

Substance : quinine      Comments
Mass conc.: 29.99 mg/L   Add.mass : 20 ug
MC.dev.   : 0.518 mg/L (1.73%)  V0.sample: 1000 uL
Cal.dev.  : -
    
```

VR	U/mV	I/nA	I.mean	Std.dev.	I.delta	Comments
00	-1075	-51.93	-51.52	0.5721		
01	-1076	-51.12				
10	-1069	-85.31	-84.94	0.5124	-33.42	
11	-1070	-84.58				
20	-1065	-119.9	-119.5	0.5130	-34.55	
21	-1065	-119.1				

Substance	Techn.	Y.reg/offset	Slope	Nonlin.	Mean deviat.
quinine	std.add.	-5.131e-08	-1.711e-05		5.908e-10

```

Final results      +/- Res.dev.  %      Comments
-----
quinine = 29.985 mg/L      0.518  1.73
    
```

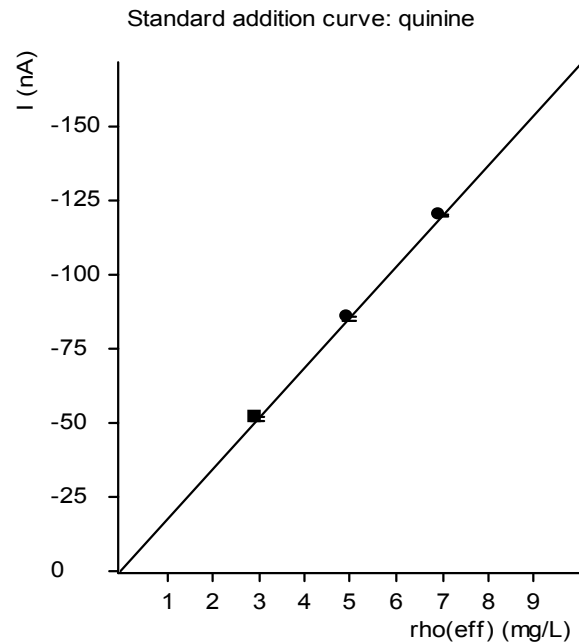
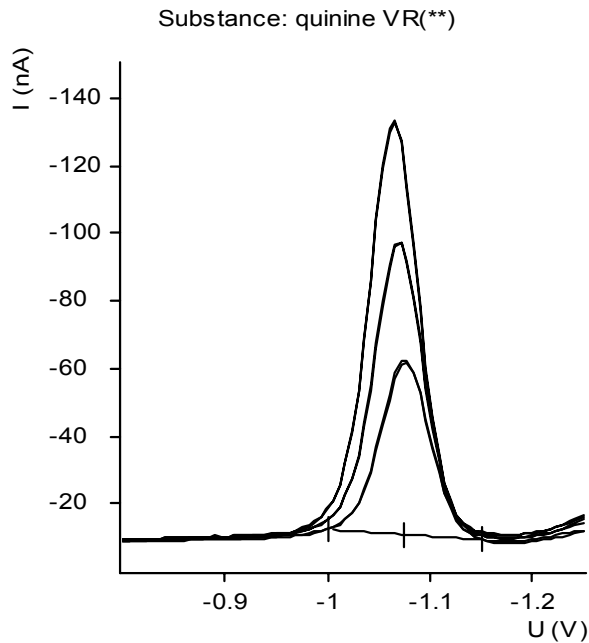


Abb. 2: Beispiel einer Chininbestimmung mit dem VA Trace Analyzer 746.