

Application Bulletin

D'intérêt pour: Industrie pharmaceutique; Denrées alimentaires, boissons;
Biochimie, biologie

B 4, 7, 8

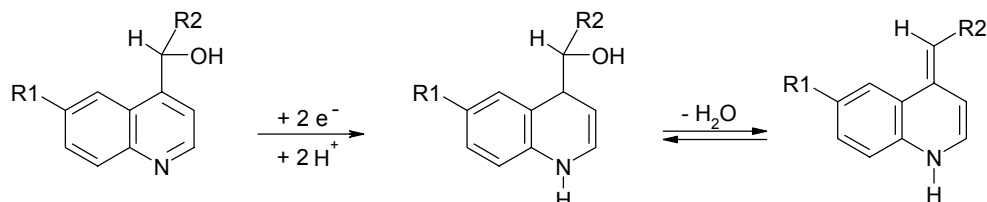
Détermination polarographique de la quinine

Résumé

Ce bulletin décrit une méthode polarographique simple pour la détermination de la quinine dans les boissons et les comprimés. Alors que la quinine peut être déterminée directement dans les boissons, il faut tout d'abord procéder à une extraction, afin de la déterminer dans les comprimés. La limite de détermination est de l'ordre de 0,2 mg/L ou 4 µg/comprimé.

Théorie

À des valeurs pH pas trop élevées, la quinine peut être réduite polarographiquement. L'eau est ensuite éliminée.



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 phosphorique, $w(H_3PO_4) = 85\%$
- Acide acétique, $w(CH_3COOH) = 100\%$
- Soude caustique, $c(NaOH) = 2 \text{ mol/L}$
- Acide sulfurique, $c(H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}$
- Acide borique, CAS 10043-35-3
- Quinine, purum, CAS 130-95-0

Solutions prêtes à l'emploi

- Électrolyte de base pH = 7,0: $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 40 \text{ mmol/L}$
 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 40 \text{ mmol/L}$
 $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40 \text{ mmol/L}$

Dissoudre 2,7 mL de $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$, 2,3 mL de $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ et 2,5 g d'acide borique dans de l'eau distillée. Ajuster la valeur pH de la solution à 7,0 avec $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ et compléter à 1 L avec de l'eau distillée.

- Solution standard de quinine, $\rho(\text{quinine}) = 1000 \text{ mg/L}$:
Ajouter 0,4 mL de $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ à 100 mg de quinine, dissoudre dans de l'eau distillée et compléter à 100 mL.

Préparation de l'échantillon

- Les boissons peuvent être analysées directement.
- Les comprimés sont broyés, puis mis en suspension dans 50 mL d'eau distillée et 1 mL de $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ pendant 5 min. Après ce temps d'extraction, filtrer le mélange dans un ballon gradué de 100 mL, rincer avec de l'eau distillée et compléter à la marque.

Analyse

Placer 5 mL d'électrolyte de base et une quantité d'échantillon contenant au maximum 0,2 mg de quinine dans le vase de polarographie. Compléter à 10 mL avec de l'eau distillée. La valeur pH de la solution de mesure doit être de l'ordre de pH = 7,0.

La polarogramme est enregistré utilisant les paramètres suivants:

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

La concentration est déterminée par la méthode des additions standards.

Remarque

Au-dessus de 40 mg/L de quinine, la courbe des additions standards n'est plus linéaire.

Littérature

- 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.

Figures

```
===== 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	2000-11-27 19:28:07	Coefficients	
Technique	std.add.	Y.reg	-5.131e-08
Curve type	linear	Slope	-1.711e-05
		Nonlin.	
		Mean dev.	5.908e-10
Additions			
Soln.name	quin-std		
Mass conc.	1 g/L	g/L	g/L
Range min	g/L	g/L	g/L
Range max	g/L	g/L	g/L
M.conc./cm	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

Fig. 1: Méthode pour la détermination de la quinine avec le VA Trace Analyzer 746.

```
===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Determ.      : 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				1 mL

```
Method : AB126_2
Title  : Determination of quinine with DME. AB 126 part 2
Remark1: Determination of quinine
Remark2: in Bitter Lemon
```

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

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		

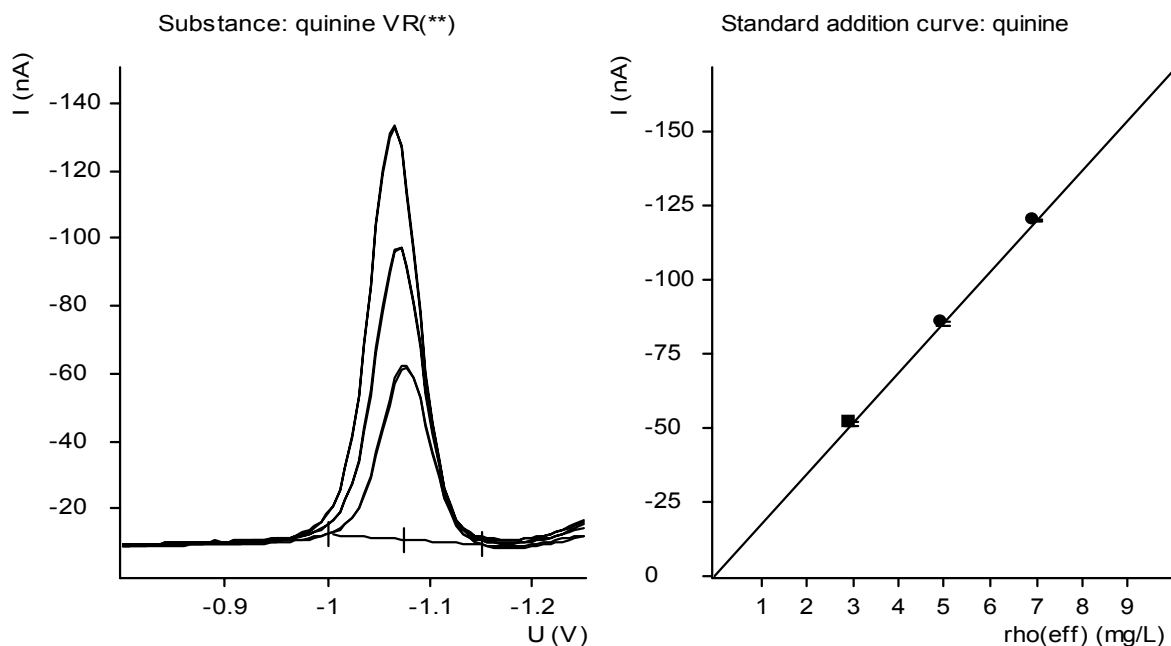


Fig. 2: Exemple d'une détermination de quinine avec le VA Trace Analyzer 746.