Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 22 (1931)

Heft: 4

Artikel: Du dosage de la nicotine par la méthode au silicotungstate

Autor: Benvegnin, L.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983906

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 22.10.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Du dosage de la nicotine par la méthode au silicotungstate.

Par L. BENVEGNIN,

Chef de la Division de chimie et de bactériologie de la Station fédérale d'essais viticoles, de Lausanne.

De toutes les méthodes analytiques utilisées pour le dosage de la nicotine, celle au silicotungstate est certainement la plus exacte ou tout au moins celle qui donne les résultats les plus constants. Aussi avons-nous voulu l'examiner de plus près et nous rendre compte des erreurs qu'elle peut présenter. Le mode opératoire de toutes les méthodes par précipitation au moyen de l'acide silicotungstique est basé sur les principes suivants:

- 1º Distillation de la nicotine en solution alcaline par entraînement à la vapeur d'eau;
- 2º réception du liquide distillé dans une solution diluée d'acide chlorhydrique;
- 3º précipitation de la nicotine par l'acide silicotungstique ou acide silicoduodécitungstique SiO2. 12 WO3. 4 H2O + 22 H2O;
- 4º filtration, lavage, séchage, calcination du précipité et pesée;
- 5° la teneur en nicotine de l'échantillon distillé est obtenue en multipliant le poids des anhydrides silicotungstiques par 0,114, car on admet que la formule du silicotungstate de nicotine est:

2 H₂O . SiO₂ . 12 WO₃ . 2 C₁₀H₁₄N₂ . n H₂O,

ce qui donne par calcination: SiO_2 . $12 WO_3 = 2844,4$ d'où

facteur =
$$\frac{2 \text{ C10H14N2}}{\text{SiO2.12 WO3}} = \frac{324,4}{2844,4} = 0,114$$

Pour étudier cette méthode, nous avons préparé du picrate de nicotine, chimiquement pur, répondant à la formule:

$$C_{10} H_{14} N_2 . 2 C_6 H_2 (NO_2)_3 OH = 620,6,$$

contenant donc 26,13 % de nicotine. Ce corps cristallisé, peu soluble dans l'eau froide, a un point de fusion de 218°; il est stable et non hygroscopique contrairement à d'autres sels de nicotine.

Voici quelques résultats obtenus par la méthode précitée:

Poids du picrate distillé	Poids des anhydrides silicotungstiques	o/o de nicotine trouvé	º/o de nicotine théorique
0,3	0,6744	25,63	26,13
0,2	0,4494	25,61	26,13
0,4	0,9022	25,71	26,13
0,4	0,8966	25,55	26,13
0,4	0,9074	25,86	26,13

Le tableau montre que les % de nicotine trouvés sont trop faibles. On peut donner différentes explications à la différence observée entre le % de nicotine théorique et le % dosé:

- 1º Il y a certainement des pertes par la distillation, mais ces pertes sont très faibles dans une opération bien conduite.
- 2º La solubilité du précipité est appréciable. Elle peut occasionner des pertes de 0,25 % de silicotungstate de nicotine.
- 3° La volatilité de l'anhydride tungstique à haute température peut être la cause de pertes lors de la calcination.

Les constatations ci-dessus nous ont conduits à faire de nombreux dosages comparatifs par pesée du précipité non calciné et du précipité calciné.

Sachant que le précipité de silicotungstate de nicotine séché à 120° répond à la formule 1):

$$2 \text{ H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 12 \text{ WO}_3 \cdot 2 \text{ C}_{10} \text{ H}_{14} \text{ N}_2 = 3204,8$$

d'où facteur pour la nicotine = $\frac{324,4}{3204,8}$ = 0,1012,

nous avons pesé le précipité séché à 120° jusqu'à poids constant (environ 2 heures) et calculé la teneur en nicotine d'après le facteur 0,1012.

Le tableau ci-après montre que les résultats obtenus se rapprochent beaucoup de la réalité.

Poids du picrate distillé	Poids du silicotungstate séché à 120°	º/o de nicotine trouvé	⁰ /o de nicotine théorique
0,3	0,7734	26,09	26,13
0,3	0,7736	26,09	26,13
0,3	0,7734	26,09	26,13
0,2	0,5164	26,13	26,13
0,4	1,0290	26,03	26,13
0,2	0,5146	26,04	26,13
0,2	0,5144	26,04	26,13
0,4	1,0264	25,97	26,13
0,4	1,0288	26,03	26,13
0,4	1,0358	26,20	26,13

Des analyses de nicotine pure ainsi que de salicylate de nicotine Merck ont donné les résultats suivants:

Poids de la substance précipitée sans distillation		Poids du silicotungstate séché à 120°	o/o de nicotine trouvé	⁰ /o de nicotine théorique		
g 0.1	nicotine	g 0,9882	100,005	env. 100,0		
0,1	пісоппе	0,9882		env. 100,0		
0,1	»	0,9874	99,92	» 100,0		
0,1	>>	0,9874	99,92	» 100,0		
0,2	salicylate	1,0684	54,06	54,03		
0,2	»	1,0656	53,92	54,03		
0,2	>>	1,0688	54,08	54,03		
0,2	«	1,0682	54,05	54,03		

¹⁾ Edward Oscar North und George D. Beal., Chem. Zentralbl. 1925, Page 353.

Au vu de ces résultats, on peut conclure que seule la méthode par dessiccation du précipité à 120 ° donne des chiffres suffisamment exacts.

D'autre part, les résultats obtenus par pesée du précipité desséché et de ce même précipité calciné ne concordent jamais.

Le tableau ci-dessous le montre clairement:

Substance examinée	⁰ /o de nicotine par pesée du précipité séché à 120° Facteur 0,1012	º/o de nicotine par pesée du précipité calciné Facteur 0,114	^o /o de nicotine théorique
Picrate de nicotine	26,09	25,63	26,13
»	26,04	25,61	26,13
»	26,03	25,71	26,13
»	26,20	25,86	26,13
Nicotine pure	100,00	98,63	env. 100,0
»	99,92	98,65	» 100,0
»	99,92	98,76	» 100,0
Salicylate de nicotine	54,14	53,29	54,03

Si, par contre, on utilise le facteur 0,1001 pour le calcul de la nicotine dans le précipité séché à 120°, la correspondance des résultats obtenus par les deux méthodes de dosage est très satisfaisante (le facteur 0,1001 correspondrait au silicotungstate de nicotine contenant 4 molécules d'eau).

Substance examinée	⁰ /o de nicotine par pesée du précipité séché à 120° Facteur 0,1001	º/o de nicotine par pesée du précipité calciné Facteur 0,114	⁰ /o de nicotine théorique
Picrate de nicotine	25,78	25,63	26,13
»	25,73	25,61	26,13
»	25,72	25,71	26,13
»	25,90	25,86	26,13
Nicotine pure	98,82	98,63	env. 100,0
»	98,74	98,65	» 100,0
»	98,74	98,76	» 100,0
Salicylate de nicotine	53,50	53,29	54,03

Les résultats précédents sembleraient démontrer que le silicotungstate de nicotine séché à 120° doit contenir 4 molécules d'eau et non deux comme l'indiquent différents auteurs.

Le facteur 0,1012, que nous utilisons et par lequel nous obtenons de bons résultats, serait plutôt un facteur correctif qu'un facteur théorique correspondant au silicotungstate de nicotine avec 2 molécules d'eau.

Voici la méthode que nous avons utilisée pour ces différents dosages: Réactifs:

Solution	α)	∫ KOI	Ι					500	g
	a)	(Eau	quantité	suffis	sante	poi	ır	1000	cm^3
Solution	<i>b</i>)	∫ HCl	concentre	é.				500	$\rm cm^3$
	0)	Ean.						500	cm3

Solution c)	a)	ſ	Acid	е	sili	cotu	ınş	gsti	que				10	g
	())	Eau										90	cm^3
Solution of	d) ${}$	ſ	HCl	cc	nce	entr	é		٠.				11	cm^3
)	Eau	q.	uan	tité	S	uffi	san	te	por	ur	1000	cm^3

Mode opératoire.

La nicotine à analyser est diluée de façon à obtenir une solution contenant environ 1 g de nicotine pure par litre.

C'est ainsi que pour une nicotine à 40 % on en pèsera 3 g qui seront introduits dans un ballon jaugé de 1000 cm³ et complétés au trait de jauge au moyen d'eau distillée.

On prélève 100 cm³ de cette solution correspondant à 0,3 g de la substance primitive. Ils sont portés dans un ballon de 500 cm³; on ajoute 10 cm³ de KOH (sol. a) et distille dans un courant de vapeur d'eau en utilisant une colonne à boule ainsi qu'un réfrigérant de Liebig. L'extrémité du réfrigérant est munie d'une rallonge plongeant dans 25 cm³ d'HCl (sol. b) contenus dans un bécher de 500—600 cm³. On distille jusqu'à obtention d'un volume d'environ 375 cm³.

La distillation doit être conduite avec soin; au début surtout, l'introduction de la vapeur d'eau se fera lentement.

Une distillation normale dure environ 1 heure et le volume du liquide à distiller, chauffé à la flamme, doit plutôt diminuer.

Le contenu du bécher est additionné de 12 cm³ de solution d'acide silicotungstique (sol. c) et agité vigoureusement avec une baguette de verre, en frottant les parois du bécher jusqu'à obtention d'un précipité cristallin et soyeux.

On laisse reposer 1 jour et filtre sur creuset de Gooch taré; lave avec 70 à 80 cm³ de la solution d'HCl (sol. d); sèche 2 heures à 120° et pèse. En multipliant le poids du précipité par le facteur 0,1012, on obtient la teneur en nicotine de l'échantillon distillé.

Si l'échantillon à analyser contient de la pyridine, il faut, avant de procéder à la distillation par la lessive de potasse, distiller dans le courant de vapeur d'eau, après adjonction de 10 cm³ d'acide acétique concentré. Alors seulement, après refroidissement du contenu du ballon, on ajoute la potasse caustique et distille comme précédemment.

Le dosage de la nicotine par précipitation au moyen de l'acide silicotungstique et pesée du précipité séché à 120° est absolument recommandable. Cette méthode donne des chiffres constants et suffisamment exacts pour justifier son emploi dans les laboratoires de contrôle.