Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 50 (1959)

Heft: 4

**Artikel:** Spektrophotometrische Bestimmung von Nikotin

Autor: Eschle, K.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-983426

#### 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:** 13.12.2025

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

# Spektrophotometrische Bestimmung von Nikotin

Von K. Eschle, Zürich \*)

## I. Einleitung

Die quantitative Bestimmung von Nikotin mittels alkalischer Destillation und anschliessender Fällung als Dipikrat- oder Kieselwolframsäurekomplex beansprucht viel Zeit, nämlich etwa zwei Tage 1).

Um rascher zu Analysenergebnissen zu gelangen, haben wir die spektrophotometrische Methode, wie sie von Swain<sup>2</sup>) und Willits<sup>3</sup>) nahegelegt worden ist, einer näheren Prüfung unterzogen. Dazu stand uns ein Beckmann-Photometer Model DU zur Verfügung.

Wahrscheinlich hätte auch die schon vor langer Zeit von *Popovici* <sup>4</sup>) beschriebene und fast in Vergessenheit geratene polarimetrische Bestimmungsmethode brauchbare Resultate ergeben.

## II. UV-Absorption von Nikotin

Reines Nikotin zeigt im UV-Bereich, d.h. zwischen 220 und 280 mmikron, eine charakteristische, vom Pyridinchromophor herstammende Extinktionskurve. Das Maximum liegt bei 259 bis 260 mmikron. In wässeriger Lösung ist die Lichtschwächung wesentlich geringer als in salzsaurer Lösung.

Da das Destillat bei der Nikotindestillation immer Salzsäure enthält, haben wir uns vor allem mit der salzsauren Lösung von Nikotin befasst. Dabei ist zu bemerken, dass ein nicht allzu grosser Ueberschuss an Salzsäure den Grad der Lichtschwächung keinesfalls beeinflusst. Es muss nur in jedem Fall gerade soviel Salzsäure vorhanden sein, damit alle Nikotinmoleküle in der Hydrochloridform vorliegen.

Die photometrische Methode hat den Nachteil, dass auch andere im gleichen Bereiche absorbierende Substanzen interferieren können. In unserem Falle hat man in erster Linie an Pyridin und Nornikotin zu denken, die beide eine grössere Lichtschwächung als Nikotin hervorrufen. Beide Substanzen kommen allerdings im Tabak nur in geringer, meist konstant bleibender Menge vor. Im Rauch dürften aber andere Verhältnisse vorliegen.

Da also zuerst eine möglichst gute Isolierung des Nikotins zu erfolgen hat, ist die Destillationsmethode, und zwar die alkalische Wasserdampfdestillation, auf die wir uns in Anbetracht von anderen Möglichkeiten, wie Extraktion und Chromatographie, beschränkt haben, von grosser Wichtigkeit. Deren Eigenheiten sollen im folgenden näher beschrieben werden.

<sup>\*)</sup> Ständige Adresse: Reaktor AG, Würenlingen (Aargau)

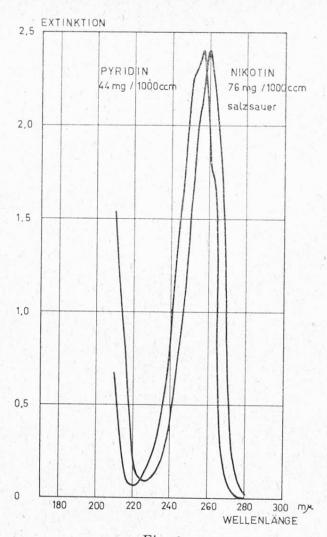


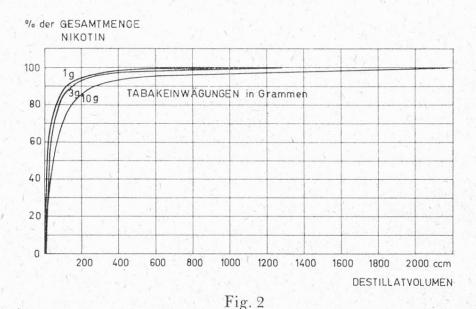
Fig. 1 Extinktionskurven von Nikotin und Pyridin

## III. Destillations- und Bestimmungsmethode des Nikotins

Anhand von photometrischen Messungen konnte man feststellen, dass das Alkalisierungsmittel wie auch die Destillationsapparatur überhaupt den Verlauf der Destillation beeinflussen.

Unsere Apparatur, welche einfacher als diejenige von Griffith und Jeffrey<sup>5</sup>) war, bestand im wesentlichen aus einem 500 cm³-Rundkolben mit Schliff, einem kugelförmigen Destillationsaufsatz, der ein Uebergehen von feinen Partikeln aus dem Tabak verhindern sollte, und einem senkrecht stehenden Kugelkühler.

Als Alkalisierungsmittel haben wir Pottasche, Magnesiumoxyd und Natronlauge geprüft und dabei gefunden, dass Magnesiumoxyd ein zwar sehr reines, jedoch nicht in quantitativer Ausbeute fassbares Nikotin liefert. Natronlauge ergibt ein ziemlich unreines Nikotin, und das zwar trotz ihrer grossen Alkalität in schlechter Ausbeute. Die besten Erfahrungen haben wir mit Pottasche gemacht, so dass wir für die Nikotindestillation nur noch diese benützten. Im übrigen wurde nach der im Schweizerischen Lebensmittelbuch 1) sowie gemäss der in den Arbeiten von Staub und Furrer 6)7) beschriebenen Methode vorgegangen (4 cm³ konz. Salzsäure pro 1000 cm³ Destillat, 10 g Pottasche und 50 g Kochsalz). Nur waren wir gezwungen, die eingewogene Tabakmenge von 10 g auf 3 g (getrocknet bei 103° C, 2 h und feingemahlen) zu reduzieren. Die viel empfindlichere photometrische Methode hat nämlich gezeigt, dass bei 3 g Tabak mindestens 500 cm³ Destillat notwendig sind, um auf eine Ausbeute von 98 % Nikotin zu kommen (Fig. 2). Ein noch grösseres Volumen wirkt sich insofern nachteilig aus, als dann in vermehrtem Masse auch Verunreinigungen, welche die Photometrie stören könnten, mitdestilliert werden.



Nikotinmenge als Funktion des Destillatvolumens bei verschiedenen Tabakeinwaagen

Für die Bestimmung des Nikotins im Rauch wurde nach der gleichen Methode vorgegangen.

Alle unser spektrophotometrischen Messungen basieren auf der gravimetrischen Bestimmung des Nikotins mit Kieselwolframsäure. Anhand von Testlösungen von reinstem Nikotin (Nicotinum puriss. Siegfried, das frisch destilliert, über das Oxalat umkristalisiert und redestilliert worden war, wobei die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl einen Nikotingehalt von 98,6 % anzeigte) konnte man sich von der Brauchbarkeit dieser Fällungsmethode überzeugen. Bei allen Konzentrationen an vorgelegtem Nikotin mit Ausnahme derjenigen im Bereiche von 15 bis 20 mg pro Liter wird meistens eine zu kleine Nikotinmenge gefunden. Die Abweichungen vom richtigen Wert waren jedoch nie grösser als 3 %. Ein Vergleich mit der Pikratmethode zeigte, dass diese durchwegs tiefere und nur bei grosser Geschicklichkeit reproduzierbare Werte liefert. Deshalb verzichtete man auf die Anwendung der Diprikatmethode.

### IV. Eichkurven des Nikotins

Es wurden folgende Eichkurven, die die Abhängigkeit des Extinktionsmaximums von der Konzentration darstellen sollen, ermittelt (Schichtdicke 1 cm):

- 1. an Reinnikotin
  - a) in wässeriger Lösung
  - b) in salzsaurer Lösung
- 2. an Tabaknikotin (salzsauer)
- 3. an Rauchnikotin (salzsauer)

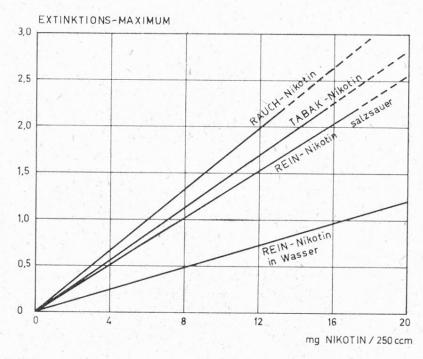


Fig. 3
Eichkurven von Nikotin

Man findet dabei für Reinnikotin eine Eichkurve, bei welcher die eingewogenen Nikotinmengen sehr genau durch die Analyse mit Kieselwolframsäure belegt worden sind. Wie erwartet, ist die Lichtschwächung in wässeriger Lösung geringer als in salzsaurer.

Die Eichkurve des Tabaknikotins, welche als die mittelste von 30 Kurven der verschiedensten Tabake hervorgegangen ist, wobei die Abweichungen in keinem Fall ± 5 % überschritten haben, zeigt eine deutliche Differenz zur Eichkurve des Reinnikotins. Es ist nicht weiter untersucht worden, welche Substanzen hier zur Interferenz beigetragen oder allenfalls die Fällung mit Kieselwolframsäure gestört haben konnten.

Für die Eichkurve des Rauchnikotins, welche durch Messungen an 10 verschiedenen Rauchsorten gewonnen wurde, findet man sogar eine noch grössere Abweichung. Bei diesen 10 Kurven war die Streuung innerhalb des Bereiches von  $\pm$  3 %. Wir vermuten, dass dieses starke Abweichen auf das vermehrte Auftreten von Pyridin im Rauch zurückzuführen sei, welches jedenfalls von Lehmann % nachgewiesen werden konnte. Einen eigenen experimentellen Beweis konnten wir allerdings nicht erbringen, indem nämlich ein Versuch, Pyridin gemäss den Vorschriften von Thoms % in stark essigsaurer Lösung durch Destillation von Nikotin zu trennen, vollständig misslang. Da wir uns einem anderen Arbeitsgebiet zuwandten, konnten wir die Methode nicht mehr näher prüfen. Im übrigen sei noch erwähnt, dass die Eichkurven bis zu Extinktionen von 2,2 zuverlässig sind. Bei höheren Extinktionen, bzw. bei höheren Konzentrationen sind die Abweichungen vom Lambert-Beer'schen Gesetz zu gross.

## Zusammenfassung

Um die Brauchbarkeit der spektrophotometrischen Konzentrationsbestimmung von Nikotin als Schnellmethode zu überprüfen, wurden die spektrophotometrischen Eichkurven im UV-Gebiet von 3 Gruppen, nämlich Reinnikotin, Tabaknikotin und Rauchnikotin, gemessen.

Dabei ergaben sich im Gegensatz zu den Befunden von Swain und Willits, die keine Unterschiede zwischen Rein- und Tabaknikotin auffinden konnten, beträchtliche Differenzen zwischen den drei Gruppen, welche auf das Vorhandensein von störenden Substanzen schliessen lassen. In erster Linie muss hier an Pyridin gedacht werden.

Innerhalb einer Gruppe jedoch kann mit einer überraschend guten Zuverlässigkeit der Eichkurve und damit mit der spektrophotometrischen Methode überhaupt gerechnet werden. So zeigen unsere Resultate, welche an einer Vielzahl von gemischten und ungemischten, fermentierten und unfermentierten Tabaken gewonnen worden sind, Maximalabweichungen von höchstens  $\pm 5\,$ % von der aufgestellten Eichkurve.

### Résumé

Pour pouvoir nous rendre compte de la valeur de la détermination spectrophotométrique de la nicotine nous avons mesuré les courbes étalon dans l'UV de la nicotine pure, de la nicotine du tabac et de celle de la fumée.

A l'opposé de Swain et de Willits qui n'ont pas pu déceler de différences entre la nicotine pure et la nicotine du tabac nous avons trouvé des différences remarquables entre les trois groupes précités. On en déduit la présence de substances gênantes, telles que la pyridine, probablement.

Cependant, pour chaque groupe, on a pu constater la validité surprenante de la courbe étalon et de même de la spectrophotométrie comme méthode rapide. Selon nos résultats expérimentaux obtenus avec un grand nombre de tabacs mélangés et non mélangés, fermentés et non fermentés, on doit compter au maximum avec une erreur de  $\pm$  5 % par rapport aux valeurs indiquées par la courbe étalon.

## Summary

To control the accuracy of the spectrophotometric determination of nicotine we have determined the standard curve of three groups of nicotine, namely pure nicotine, tobacco nicotine and smoke nicotine. These standard curves were determined by measuring the maximum of the UV-extinktion with a spectrophotometer Beckmann model DU.

Contrarily to Swain and Willits, who did not find any difference between pure nicotine and tobacco nicotine, we found remarquable differences between the three groups mentioned above, hereby demonstrating the existence of interfering substances, such as pyridine, probably.

For each group we were able to confirm the very good validity of the standard curve and thereby of the spectrophotometry as a rapid analytical method. Our results, obtained from a great variety of tobaccos such as mixed and not mixed, fermented and not fermented, do not differ from more than  $\pm 5$  % of the values of the standard curve.

### Literatur

- 1) Schweizerisches Lebensmittelbuch (4), (1937), 337.
- 2) Swain M. L. u.a., J. Am. Chem. Soc. 71, 1341 (1949).
- 3) Willits C. O. u.a., Ind. Eng. Chem. 22, 430 (1950), Anal. Ed.
- 4) Popovici, Z. physiol. Chem. (Hoppe-Seyler) 13, 446 (1889).
- <sup>5</sup>) Griffith R. B. und Jeffrey R. N., Anal. Chem. 20, 307 (1948).
- 6) Staub M. und Furrer H., diese Mitt. 43 (6), 490 (1952).
- 7) Staub M. und Furrer H., diese Mitt. 44 (4), 371 (1953).
- 8) Lehmann K. B., Arch. Hygiene 68, 321 (1908).
  - Vgl. Barta L. und Toole E., Z. angew. Chem. 45, 671 (1932).
- 9) Thoms H., B. deutsch. pharmaz. Ges. 10, 19 (1900).

Je tiens à remercier le travail dévoué de Monsieur Gérard Milder, Paris, qui a été rappelé au service en Algérie.