Zur Methodik der Nikotinbestimmung

Autor(en): **Hämmerle, W. / Weber, W. / Winterstein, E.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **27 (1936)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983292

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Zur Methodik der Nikotinbestimmung.

Von Dr. W. HÄMMERLE und Dr. W. WEBER.
(Aus dem Agrikulturchemischen Laboratorium der E. T. H., Abteil. Prof. Dr. E. Winterstein.)

Die grosse Zahl der Methoden, die zur Bestimmung des Nikotins im Tabak vorgeschlagen werden, deutet darauf hin, dass ein restlos befriedigendes Verfahren noch nicht gefunden worden ist. *König* und *Dörr*[1]) empfehlen in ihrer ausgezeichneten Zusammenstellung und kritischen Beurteilung der verschiedenen Methoden für Reihenuntersuchungen Wasserdampfdestillation des Nikotins, Fällung mit Pikrinsäure und Titration des Niederschlages. Für Einzeluntersuchungen schlagen sie vor, das Nikotin aus dem Wasserdampfdestillat mit Kieselwolframsäure zu fällen und den Niederschlag gravimetrisch zu bestimmen. Dieses letzte Verfahren wird in unserem Laboratorium ebenfalls bei Serienanalysen benutzt, nachdem es sich in Hunderten von Fällen als absolut zuverlässig erwiesen hat.

Die folgenden Beobachtungen haben uns zur Anwendung der weiter unten ausführlich beschriebenen Arbeitsweise bewogen:

1. Freimachen des Nikotins.

Schon vor drei Jahren hatten wir die nie veröffentlichte Beobachtung gemacht, dass mit Magnesiumoxyd nicht alles Nikotin freigemacht wird. Wir erhielten in fast allen Fällen auf Zusatz von Natronlauge zu einem Magnesiumoxyd-Ansatz weitere 5 bis 10% Nikotin. Diese Tatsache wurde von *E. Waser* und *M. Stähli*[2]) mitgeteilt und von *C. Pyriki*[3,4,5]) eingehend untersucht. Auch wir konnten schon vor Erscheinen dieser Arbeiten feststellen, dass es sich im Nachdestillat tatsächlich um Nikotin handelt. Das Pikrat gibt mit Nikotindipikrat keine Schmelzpunktsdepression.

Pikrat der Base . . .	F. = 222°	(korr.)
Nikotindipikrat . . .	F. = 223°	»
Mischschmelzpunkt . .	F. = 222°	»

Ob das erst durch Natronlauge in Freiheit gesetzte Nikotin in einer besonderen Bindung vorliegt, konnten wir noch nicht feststellen. Nach *Yamafuji*[6]), *Pyriki*[4]) und *Barbieri*[7]) ist im Tabak ein Teil des Nikotins Bestandteil eines Glucosids. Dieses liesse sich jedoch nicht vom Nikotin selbst ableiten, sondern vielleicht von einem um ein Molekül Wasser reicheren Nikotinabkömmling.

2. Fällung.

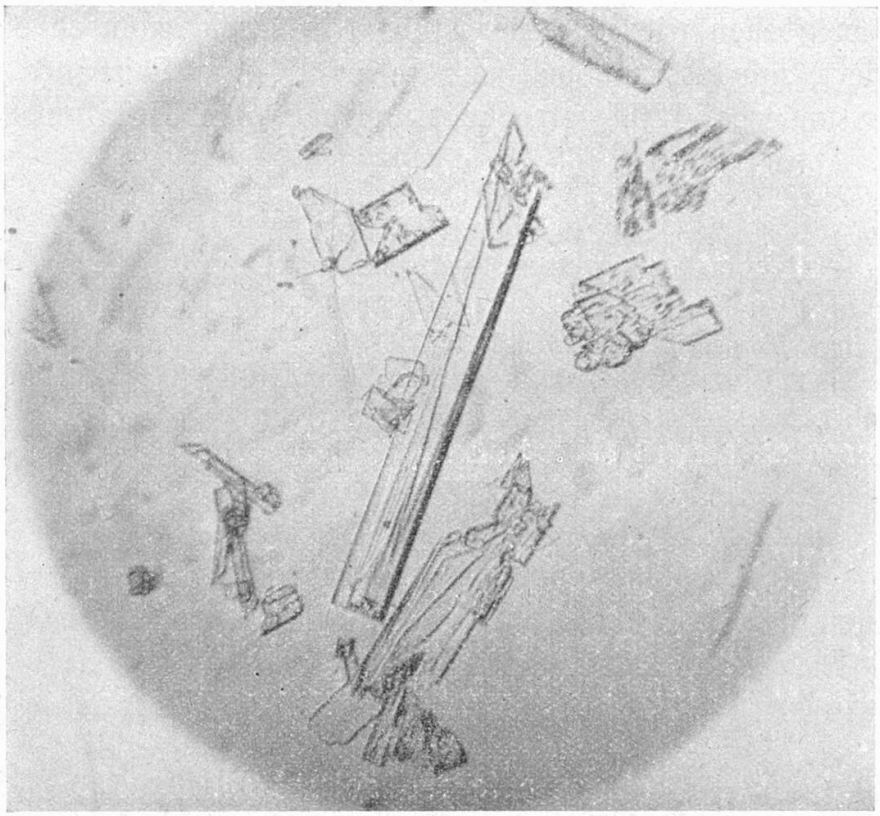
Im Wasserdampfdestillat wird das Nikotin mit Kieselwolframsäure gefällt. Um das sich milchig ausscheidende, amorphe Nikotinkieselwolframat rasch zur Kristallisation zu bringen, erhitzt man kurze Zeit auf 80°, wobei Klärung eintritt. Beim Erkalten scheiden sich tafel- oder prismenförmige Kristalle ab. Da der Niederschlag sowohl in Wasser als auch in absolutem

Alkohol etwas löslich ist (siehe folgende Tabelle), so darf er nur mit verdünnter Salzsäure gewaschen werden.

Zur Ermittlung der *Löslichkeit des Nikotinkieselwolframates* wurden aus seiner gesättigten wässerigen Lösung 10 cm³ abpipettiert, zur Trockne verdampft und nach einstündigem Trocknen bei 120° gewogen. Dasselbe wurde wiederholt mit einer alkoholischen, ätherischen und 1% salzsäuregesättigten Lösung. Dabei ergab sich folgendes:

10 cm³ Wasser	lösen	bei	18°	0,0022 g	KWS-Nikotin
10 cm³ Wasser	»	»	95°	0,0050 g	»
10 cm³ 96%iger Alkohol	»	»	18°	0,0038 g	»
10 cm³ absoluter Alkohol	»	»	18°	0,0020 g	»
10 cm³ absoluter Aether	»	»	18°	0,0001 g	»
10 cm³ 1%ige Salzsäure	»	»	2°	weniger als 0,0001 g	

Daten zur Kristallform des Kieselwolframates: Tetragonale Kristalle mit tafeligem Habitus nach der Basis (vergleiche die Mikroaufnahme). Die



Kieselwolframsaures Nikotin.

Lichtbrechung ist höher als 1,74. Da die Kristalle optisch positiv sind, somit $\varepsilon > \nu$, ist ε allein noch grösser, der Brechungsindex also höher als 1,74. Seine genaue Grösse kann nur auf Umwegen ermittelt werden.

(Die Bestimmung wurde am mineralogisch-petrographischen Institut der E. T. H. ausgeführt. Herrn Prof. Dr. C. Burri sei dafür bestens gedankt.)

Ausführung der Nikotinbestimmung.

2 g zerkleinerter und gut durchgemischter Tabak werden in einem Kolben von 150 cm^3 Inhalt eingewogen und mit 40 cm^3 Wasser durchgemischt. Darauf werden 10 g Kochsalz und 5 cm^3 einer 30%igen wässerigen Lösung von Natronlauge unter Umschütteln zugefügt. Das so in Freiheit gesetzte Nikotin wird mit Wasserdampf in eine mit 2 bis 3 cm^3 10%iger Salzsäure beschickte Vorlage abdestilliert. Die Heizung des Destillationskolbens wird so reguliert, dass die Flüssigkeitsmenge während der Destillation nicht zunimmt. Nach 20 Minuten beträgt die Menge des Destillates ca. 250 cm^3. In den meisten Fällen ist nach dieser Zeit alles Nikotin übergetrieben. In jedem Falle ist jedoch noch etwas Destillat in einem Reagensglas aufzufangen und nach Ansäuern mit verdünnter Salzsäure mit Kieselwolframsäure auf Nikotin zu prüfen. Bei der geringsten Opaleszenz wird weiter destilliert. Im Destillat, oder bei sehr nikotinreichen Sorten in einem aliquoten Teil, wird das Nikotin durch Zusatz von 2 cm^3 einer 10%igen Lösung von Kieselwolframsäure gefällt. Die entstehende milchige Flüssigkeit wird auf 80° erwärmt und 5 Minuten auf dieser Temperatur belassen. Nach mindestens dreistündigem Stehen wird der kristalline Niederschlag durch einen Gooch-Tiegel filtriert, mindestens 5mal mit kalter 1%iger Salzsäure gewaschen, während 1 Stunde bei 120° getrocknet und nach dem Erkalten gewogen.

Literatur.

1) *P. König* u. *W. Dörr*, Z. U. L. **67**, 113, 1934.
2) *E. Waser* u. *M. Stähli*, Z. U. L. **64**, 470, 1932.
3) *C. Pyriki*, Pharmaz. Zentralhalle, **74**, 253, 1933.
4) *C. Pyriki*, Pharmaz. Zentralhalle, **74**, 717, 1933.
5) *C. Pyriki*, Z. U. L. **68**, 554, 1934.
6) *Yamafuji*, Bull. agric. chem. Soc. Japan, **7**, 13, 1931.
7) *Barbieri*, Chem. Zentralbl. 1928, II, 1339.