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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 43 (1952)

Heft: 6

Artikel: Kritische Untersuchungen über die Nikotinbestimmungsmethoden in Tabak

Autor: Staub, M. / Furrer, H.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982663

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: 02.07.2025

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

Kritische Untersuchungen über die Nikotinbestimmungsmethoden in Tabak

Von *M. Staub* und *H. Furrer*

(Mitteilung aus dem kantonalen Laboratorium Zürich)

Vorbemerkung: Die Subkommission für die Bearbeitung des Kapitels Tabak und Tabakerzeugnisse für die 5. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches hat uns beauftragt, experimentell zu überprüfen, welche Methode der Nikotinbestimmung in Tabak als zuverlässigste empfohlen werden könne. Wir geben nachstehend eine Zusammenfassung unserer Resultate mit dem Wunsche, dass in möglichst vielen anderen Laboratorien Erfahrungen mit der von uns vorgeschlagenen Methode gesammelt werden.

Von zahlreichen chemischen Methoden wurden in den vergangenen Jahren hauptsächlich die zwei folgenden benutzt, nämlich die Fällung des Nikotins mit Kieselwolframsäure nach *Rasmussen* [1]) und die von *Pfyl* und *Schmitt* [2]) ausgearbeitete Fällung des Nikotins mit Pikrinsäure. Die letztere Methode hat in den Laboratorien immer mehr Eingang gefunden, vor allem deshalb, weil die Pikrinsäure sich als selektiveres Fällungsmittel für Nikotin erwiesen hat als die Kieselwolframsäure, indem die das Nikotin in der Regel begleitenden Basen nicht mit ausgefällt werden.

Nachdem *Waser* und *Stähli* [3]) mit eingehenden Untersuchungen über den Tabakrauch begonnen hatten, wurde in unserem Laboratorium in zahlreichen Versuchen das *Pfyl*- und *Schmitt*'sche Pikratverfahren benutzt und genau studiert. Es hat sich bald gezeigt, dass für die neue Auflage des Lebensmittelbuches die von *Pfyl* und *Schmitt* dem gewichtsanalytischen Pikratverfahren vorgezogene Titration des Nikotindipikrat-Niederschlages nicht empfohlen werden kann, da die dabei auftretenden subjektiven Fehlerquellen nur bei ständiger Übung vermieden werden können. Einen wesentlichen Beitrag zur gravimetrischen Bestimmung hat *Staikoff* [4]) geliefert. Ausgehend von der Tatsache, dass die Pikrinsäure oberhalb ihres Schmelzpunktes (122,5°) sich verflüchtigt, dagegen das Nikotindipikrat erst bei weit höheren Temperaturen stärkere Verdampfungserscheinungen zeigt, erhitzt er das im Glasfiltertiegel gesammelte Nikotindipikrat bei 130° im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz. Die heute zur Verfügung stehenden schnellaufenden Glasfiltertiegel und die Schnellwaagen lassen diese gravimetrische Methode durchaus nicht als umständlich erscheinen.

Versuchsteil

1. Modellversuche mit reinen Nikotinlösungen

Für alle Versuche wurden wässerige Lösungen von Nicotinum purissimum *«Merck»* verwendet. Der Nikotingehalt des Präparates wurde aus der Stickstoffbestimmung zu 97,68 % und mittels Titration zu 97,61 % berechnet. Für die Berechnung des Gehaltes der Testlösungen wurde der Mittelwert von 97,65 % Nikotin benutzt.

Tabelle 1

Angewendet			Gefunden				
Nikotin in 100 cm³ mg	= Theoret. Tabak-nikotin %	Methode	Nieder-schlag mg	Nikotin in 100 cm³ mg	Abweichung von richtigem Wert mg	= Theoret. Tabak-nikotin %	Abweichung von richtigem Wert %
1,12	0,056	Pikrat	4,0	1,05	—0,07	0,053	—0,003
			3,6	0,94	—0,18	0,047	—0,009
			4,2	1,10	—0,02	0,055	—0,001
			3,9	1,02	—0,10	0,051	—0,005
1,12	0,056	Kiesel-wolfram	10,6	1,07	—0,05	0,054	—0,002
			9,8	0,99	—0,13	0,050	—0,006
			9,4	0,95	—0,17	0,048	—0,008
			10,9	1,10	—0,02	0,055	—0,001
2,08	0,104	Pikrat	7,4	1,94	—0,14	0,097	—0,007
			7,5	1,96	—0,12	0,098	—0,006
			7,5	1,96	—0,12	0,098	—0,006
2,08	0,104	Kiesel-wolfram	19,5	1,97	—0,11	0,099	—0,005
			18,2	1,84	—0,24	0,092	—0,012
			18,7	1,89	—0,19	0,095	—0,009
2,24	0,112	Pikrat	8,3	2,17	—0,07	0,109	—0,003
			8,4	2,20	—0,04	0,110	—0,002
2,24	0,112	Kiesel-wolfram	20,3	2,05	—0,19	0,103	—0,011
			22,4	2,27	+0,03	0,114	+0,002
10,39	0,520	Pikrat	39,0	10,19	—0,20	0,510	—0,010
			39,1	10,22	—0,17	0,511	—0,009
			39,0	10,19	—0,20	0,510	—0,010
10,39	0,520	Kiesel-wolfram	98,0	9,92	—0,47	0,496	—0,024
			96,7	9,79	—0,60	0,490	—0,030
			97,7	9,89	—0,50	0,495	—0,025
20,78	1,039	Pikrat	79,2	20,70	—0,08	1,035	—0,004
			79,0	20,65	—0,13	1,033	—0,006
			79,0	20,65	—0,13	1,033	—0,006
20,78	1,039	Kiesel-wolfram	202,0	20,44	—0,34	1,022	—0,017
			201,0	20,34	—0,44	1,017	—0,022
			201,4	20,38	—0,40	1,019	—0,020
22,36	1,118	Pikrat	85,7	22,40	+0,04	1,120	+0,002
			85,6	22,37	+0,01	1,119	+0,001
			85,6	22,37	+0,01	1,119	+0,001
22,36	1,118	Kiesel-wolfram	214,1	21,67	—0,69	1,084	—0,034
			215,8	21,84	—0,52	1,092	—0,026
			214,9	21,75	—0,61	1,088	—0,030
44,72	2,236	Pikrat	171,2	44,75	+0,03	2,237	+0,001
			171,0	44,70	—0,02	2,235	—0,001
44,72	2,236	Kiesel-wolfram	443,2	44,85	+0,13	2,243	+0,007
			442,7	44,80	+0,08	2,240	+0,004

a) Vergleichende Versuche mit der gravimetrischen Pikratmethode und der Fällung des Nikotins mittels Kieselwolframsäure:

N.B. Die genaue Analysenvorschrift wird im 2. Teil gegeben.

Entsprechend dem bei den Versuchen mit Tabak jeweils angesetzten 100 cm³ Destillat wurden bei jedem Versuch 100 cm³ Nikotintestlösung verarbeitet. Zum Absaugen der Niederschläge wurden schnellaufende Glasfiltertiegel 1G4 benutzt.

Zur Beurteilung der erhaltenen Werte wurden diese auch in die Grössenordnung umgerechnet, die bei der Nikotinbestimmung in Tabak selbst vorhanden wäre, indem die g Nikotin / 100 cm³ mit 5 multipliziert wurden (= 500 cm³ Destillat bzw. 10 g Tabak). Dieser Wert wurde dann verzehnfacht, um die g Nikotin pro 100 g Tabak zu erhalten. In Tabelle 1 sind diese Werte in der Kolonne «Theoretisches Tabaknikotin» eingetragen.

Der Tabelle 1 kann folgendes Ergebnis entnommen werden. Die gravimetrische Pikratmethode arbeitet sehr genau und noch etwas besser als die Kieselwolframsäure-Methode. In Tabelle 2 geben wir eine Zusammenstellung über die Fehlerbreiten beider Methoden.

Tabelle 2

Angew. Methode	Hauptsächliche Abweichungen ausgedrückt als		Höchster Minuswert	Höchster Pluswert
	mg Nikotin pro 100 cm³	„Theoretisches Tabaknikotin" %		
Pikrat	—0,07 bis —0,20	—0,003 bis —0,010	—0,20 mg = —0,010 %	+0,04 mg = +0,002 %
Kieselwolfram	—0,10 bis —0,60	—0,005 bis —0,030	—0,69 mg = —0,034 %	+0,13 mg = +0,007 %

Um die Reproduzierbarkeit der Pikratmethode zu überprüfen, gaben wir einem unserer Analytiker (A) die Arbeitsvorschrift, nach der er 3 Bestimmungen in einer Testlösung ohne weitere Vorbereitung durchzuführen hatte. Anschliessend überprüfte der eine von uns (B) die Testlösung. Die Ergebnisse befinden sich in Tabelle 3.

Tabelle 3

Angewendet			Gefunden				
Nicotin in 100 cm³ mg	= Theoret. Tabaknikotin %	Analytiker	Niederschlag mg	Nikotin in 100 cm³ mg	Abweichung von richtigem Wert mg	= Theoret. Tabaknikotin %	Abweichung von richtigem Wert %
23,45	1,173	A	89,6	23,42	—0,03	1,171	—0,002
			89,3	23,34	—0,11	1,167	—0,006
			89,5	23,39	—0,06	1,170	—0,003
23,45	1,173	B	89,5	23,39	—0,06	1,170	—0,003
			89,5	23,39	—0,06	1,170	—0,003

Auf Grund dieser Versuche dürfte somit die Reproduzierbarkeit der Methode identisch mit ihrer Genauigkeit sein.

b) Vergleichende Versuche mit dem gewichtsanalytischen und dem volumetrischen Pikratverfahren:

Der eingangs dieser Arbeit gemachte Hinweis auf gewisse Unsicherheitsfaktoren bei der Titration des Nikotindipikrat-Niederschlages veranlassten uns, beide Methoden an reinen Nikotinlösungen zu überprüfen. Auf die Bestimmung der Jodeosinzahl wurde verzichtet, weil hier eher mit noch grösserer Unsicherheit gerechnet werden muss.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

Tabelle 4

	Angewendet			Gefunden					
	Nikotin in 100 cm³ mg	=Theoret. Tabak-nikotin %	Pikrat-Methode	Niederschlag bzw. Pikratzahl*) mg	Niederschlag bzw. Pikratzahl*) cm³	Nikotin in 100 cm³ mg	Abweichung von richtigem Wert mg	= Theoret. Tabak-nikotin %	Abweichung von richtigem Wert %
1)	1,88	0,094	titrimetr.		0,32	2,59	+0,71	0,130	+0,036
					0,30	2,43	+0,55	0,122	+0,028
	1,88	0,094	gravimetr.	7,0		1,83	—0,05	0,092	—0,002
				6,9		1,80	—0,08	0,090	—0,004
2)	2,24	0,112	titrimetr.		0,33	2,67	+0,43	0,134	+0,022
					0,34	2,75	+0,51	0,138	+0,026
	2,24	0,112	gravimetr.	8,2		2,14	—0,10	0,107	—0,005
				8,2		2,14	—0,10	0,107	—0,005
3)	23,45	1,173	titrimetr.		2,98	24,14	+0,69	1,207	+0,034
					2,95	23,90	+0,45	1,195	+0,022
	23,45	1,173	gravimetr.	89,5		23,39	—0,06	1,170	—0,003
				89,5		23,39	—0,06	1,170	—0,003
4)	46,90	2,345	titrimetr.		5,80	46,98	+0,08	2,349	+0,004
					5,85	47,39	+0,49	2,370	+0,025
	46,90	2,345	gravimetr.	179,5		46,92	+0,02	2,346	+0,001
				179,2		46,84	—0,06	2,342	—0,003

*) Pikratzahl = cm³ 0,1 n-NaOH, die bei der Titration verbraucht wurden.

Die Ergebnisse bestätigen die auch von *Staikoff* [4]) gemachten Angaben, wonach die Titration des Nikotindipikrates zu hohe Werte liefert. Dieser Fehler kann sich besonders bei niedrigen Nikotinmengen (nikotinfreie Tabake!) unangenehm bemerkbar machen.

c) Prüfung der Flüchtigkeit des Nikotindipikrates bei längerem Erhitzen auf 130°:

Zu diesem Zwecke erhitzten wir verschiedene Diprikatniederschläge von Nikotintestlösungen und von Tabakdestillaten während 1, 2, 3, 4, 6, 8 und 10

Stunden im Trockenschrank bei 130°. Wie der Tabelle 5 zu entnehmen ist, tritt zwischen 2 und 6 Stunden keine ins Gewicht fallende Abnahme auf. Erst bei 8 Stunden beobachtet man eine geringe Abnahme.

Tabelle 5

	Gewicht des Niederschlages in *mg* nach Stunden						
	1	2	3	4	6	8	10
1. Testlösung	8,6	8,3	—	8,3	8,3	—	8,1
2. Testlösung	8,7	8,4	—	8,3	8,4	8,4	—
3. Testlösung	171,3	171,2	—	171,2	171,2	—	171,1
4. Testlösung	—	141,6	—	—	141,5	—	141,5
5. Testlösung	—	70,9	—	—	70,9	—	70,6
6. Testlösung	183,0	182,8	—	182,9	—	182,8	182,6
1. Tabakdestillat	88,7	—	88,7	—	88,7	—	88,4
2. Tabakdestillat	21,9	—	21,9	—	21,8	—	21,8
3. Tabakdestillat	45,9	45,8	—	45,8	—	—	45,6
4. Tabakdestillat	—	91,6	91,5	91,6	91,5	—	91,3
5. Tabakdestillat	163,6	163,4	163,4	163,5	163,4	—	163,3
6. Tabakdestillat	—	121,5	—	121,5	121,4	121,2	—
7. Tabakdestillat	—	117,4	—	117,3	—	117,2	117,2

2. Die Nikotinbestimmung in Tabak

Der ausführlichen Arbeit von *König* und *Dörr* [5]) über die Methodik der Nikotinbestimmung kann man entnehmen, dass mit der Kieselwolframat-Methode fast regelmässig höhere Werte erhalten werden als mit der *Pfyl*'schen Pikratmethode. Allerdings werden die nur kleinen Differenzen nicht besonders erwähnt. *Pyriki* [6]) beobachtete, dass bei Orienttabaken durch Zugabe von Kieselwolframsäure zum klaren Filtrat der Dipikratfällung verschiedentlich eine leichte bis starke Trübung auftritt. Es kann somit angenommen werden, dass bei der Kieselwolframsäurefällung durch das Miterfassen fremder Körper etwas höhere Nikotinwerte vorgetäuscht werden können. Um diesen nur an Orienttabaken festgestellten Unterschied näher zu prüfen, untersuchten wir 12 verschiedene Tabakprodukte sowohl nach dem Pikratverfahren wie auch nach der Kieselwolframatmethode.

Eine weitere Frage, die abzuklären war, ergab sich aus einem Hinweis im *Handbuch der Lebensmittelchemie* [7]), wonach bei der Pikrinsäurefällung durch Mitfällung gewisser Nebenalkaloide des Nikotins Fehlresultate entstehen können. Besonders bei einigen Brasil- und bei mehreren deutschen Tabaken u. a. sei mit Schwierigkeiten zu rechnen, wenn grössere Mengen Nebenalkaloide anwesend

sind. In diesen Fällen sollen die Schmelzpunkte der Dipikrate Depressionen bis auf 173° herunter erleiden, während der Schmelzpunkt des Nikotindipikrates bei 218—222,5° liegt. Als Hauptbestandteil dieser Nebenalkaloide konnte Nornikotin nachgewiesen werden, dessen Dipikratschmelzpunkt bei 191—192° (unscharf) liegt. Nach den Untersuchungen von *Bergwall* [8]) ist die physiologische Wirkung von Nornikotin 10 Mal geringer als diejenige des Nikotins. Es wäre somit falsch, die Gesamtdipikratfällung als Nikotin anzusprechen, wenn die Nebenalkaloide tatsächlich einen beträchtlichen Anteil ausmachen, um so mehr als vom Nornikotin erheblich geringere Mengen in den Hauptstromrauch übergehen sollen.

Wir haben deshalb bei den untersuchten Tabakproben nach folgendem Verfahren des *Handbuches* das Nikotin von den Nebenalkaloiden, vor allem Nornikotin, abgetrennt:

Nornikotin kann als stärkere Base aus seiner Bindung schwieriger freigelegt werden und ist auch schwerer wasserdampfflüchtig als Nikotin. Das mit Wasserdampf aus Tabak erhaltene Destillat wird mit Schwefelsäure neutralisiert und dann nach Zusatz von MgO, NaCl und Wasser in einer Schliffapparatur erneut destilliert. In diesem Destillat wird dann das «Reinnikotin» mit Pikrinsäure gefällt. Ferner bestimmten wir den Schmelzpunkt der Dipikrate von «Roh»- und «Rein»-Nikotin.

Arbeitsvorschrift für die gewichtsanalytische Bestimmung des Nikotins als Dipikrat

Die Tabakprobe wird zuerst vermahlen (Feinheit mindestens Sieb Nr. III LMB, Maschenweite 1,5 mm) und dann gründlich durchgemischt.

10,00 g Tabakpulver (bei einem Nikotingehalt von über 2,5 % nur 5,00 g Tabak) werden in einem 500 cm³ Jenaer Stehkolben mit 150 cm³ Wasser und 50—60 g Kochsalz versetzt und unter häufigem Umschwenken einige Minuten stehen gelassen, bis der Tabak gut durchfeuchtet ist und die Hauptmenge des Kochsalzes sich gelöst hat. Dann versetzt man das Gemisch mit einer Lösung von 10 g wasserfreiem Kaliumkarbonat in 40 cm³ Wasser und fügt zur Verminderung des Schäumens beim nachfolgenden Sieden 5—10 Tropfen Paraffinöl hinzu. Unmittelbar darauf wird die Wasserdampfdestillation durchgeführt in derselben Apparatur, die für die Bestimmung der flüchtigen Säure in Wein dient. Das zum absteigenden Kühler führende Verbindungsrohr besteht aus einem Siedeaufsatz, der das Überspritzen des Destillationsgutes verhindert. Als Vorlage dient ein 500 cm³ Masskolben; bei nikotinarmen Tabaken genügt ein 300 cm³ Kolben. Die Heizung muss so geführt werden, dass die Flüssigkeitsmenge im Destillationskolben langsam etwas abnimmt. Die über der Flüssigkeit sich ansetzenden Tabakteilchen werden durch Umschwenken wieder in die Flüssigkeit gebracht. Die Destillation wird unterbrochen, wenn die Marke der Vorlage nahezu erreicht ist. Nach Auffüllen mit Wasser bis zur Marke wird das Destillat gut durchgemischt und durch ein trockenes Faltenfilter gegossen.

100 cm^3 Filtrat werden in ein 250 cm^3 Becherglas abpipettiert. Nach Zugabe von 1 Tropfen Methylrotlösung (0,05 g p-Dimethyl-Aminoazobenzol-o-Carbonsäure in 75 cm^3 95%igem Alkohol gelöst und mit Wasser auf 100 cm^3 verdünnt) neutralisiert man mit 0,25 n-HCl bis zum Umschlag in rosa und fügt noch 0,3 cm^3 überschüssige HCl zu. Zur Fällung werden 50 cm^3 0,05 mol. Pikrinsäurelösung (= kalt gesättigte, zirka 1,2 %ige wässerige Pikrinsäurelösung) portionenweise unter Umrühren mittels Glasstab mit Gummifahne zugesetzt. Der Niederschlag wird 2—3 Stunden im Eisschrank stehen gelassen. Niederschläge von weniger als 15 mg bleiben bis zu 18 Stunden im Eisschrank.

Hierauf wird der Niederschlag durch einen gewogenen schnellaufenden Jenaer Glasfiltertiegel $1G_4$ oder $10G_4$ filtriert. Das Filtrat wird zur quantitativen Überführung des Niederschlages vom Becherglas auf das Filter benützt, wobei die Flüssigkeit nicht höher als bis zur Hälfte des Filtertiegels reichen soll. Nun wird 3 Mal mit je 6 cm^3 0,017 mol- und 2 Mal mit demselben Volumen 0,005 mol-Pikrinsäure (0,017 mol = 1 + 2 verdünnte; 0,005 mol = 1 + 9 verdünnte kalt gesättigte Pikrinsäure) gewaschen, wobei man nach jeder Zugabe gut absaugt. Der Filtertiegel wird sodann bei 130° in liegender Stellung 2 1/2 Stunden lang getrocknet.

mg Niederschlag × 0,2614 = mg Nikotin in 100 cm^3 Destillat.

Arbeitsvorschrift für die Kieselwolframsäure-Methode

100 cm^3 des wie oben erhaltenen Filtrates werden mit 4—5 cm^3 HCl (1 + 4) angesäuert und mit 10 cm^3 12 %iger Kieselwolframsäurelösung versetzt. Der entstehende Niederschlag wird tüchtig umgerührt und 18—24 Stunden bei Zimmertemperatur stehen gelassen und dann durch einen gewogenen Glasfiltertiegel $1G_4$ filtriert. Man trocknet während 1 Stunde bei 120° und wägt nach dem Erkalten.

mg Niederschlag × 0,1012 = mg Nikotin in 100 cm^3 Destillat. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 zusammengestellt. Sämtliche Nikotinwerte sind auf Tabak-Trockensubstanz berechnet. (Getrocknet bei 50° während 3 Stunden.)

Besprechung der Ergebnisse: Da wir mit derselben Tabakprobe Doppel- und Dreifachbestimmungen ausführten und ferner bei der Pikratmethode in verschiedenen Tabakdestillaten derselben Probe Doppelbestimmungen vornahmen, ergibt sich ein klares Bild über die Fehlerbreite der Methode.

Die «Gesamtalkaloid»-Werte der Kieselwolframatmethode zeigen bei total 24 Bestimmungen in 17 Fällen höhere, in 5 Fällen gleiche und nur in 2 Fällen niedrigere Nikotingehalte als bei der Pikratmethode. Allerdings sind die Differenzen nur gering (0,01—0,02 % Nikotin). Nur beim Tabac français und beim Brasiltabak *Dannemann* sind sie deutlicher erhöht (0,06 % bzw. 0,11 %). Es darf daraus geschlossen werden, dass bei den untersuchten Tabaken keine grösseren Anteile an Nebenalkaloiden in das Destillat gelangten.

Tabelle 6

Tabakprobe	Pikrat-Methode						Kieselwolframat-Methode		
	Gesamtalkaloide als Nikotin ber. %	SM des Dipikrats °C	„Reinnikotin" %	SM des Dipikrats °C	Differenz zu Gesamt-Alkaloiden absolut %	Differenz zu Gesamt-Alkaloiden relativ %	Gesamtalkaloide als Nikotin ber. %	Differenz zu Pikrat-Methode: Gesamtalkaloide %	Differenz zu Pikrat-Methode: „Reinnikotin" %
Orienttabak (tabac turc)	1) 1,21 1,22	221,0	1,19	222,5	—0,02	—1,7	1,20	—0,01	+0,01
	2) 1,22 1,22						1,22	0	
	3) 1,21 1,21	221,5	1,18	223,0	—0,03	—2,5	1 22	+0,01	+0,04
Tabac français	1) 1,98 1,97	220,0	1,88	223,0	—0,10	—5,1	2,04	+0,06	+0,16
	2) 1,94 1,94						1,99	+0,05	
	3) 1,91 1,91		1,85		—0,06	—3,1	1,97	+0,06	+0,12
Liberotabak „nikotlnfrei"	1) 0,17 0,17	221,0	0,16	222,0	—0,01	—5,9	0,17	0	+0,01
	2) 0,16		0,16		0	0	0,17	+0,01	+0,01
	3) 0,17		0,16		—0,01	—5,9	0,17	0	+0,01
Maryland (dunkel) amerikanisch	1) 1,31		1,29		—0,02	—1,5	1,32	+0,01	+0,03
	2) 1,32 1,32	221,5	1,27	223,0	—0,05	—3,8	1,32	0	+0,05
	3) 1,31		1,30		—0,01	—0,8	1,33	+0,02	+0,03
Maryland (hell) amerikanisch	1) 2,38		2,33		—0,05	—2,1	2,38	0	+0,05
	2) 2,36						2,37	+0,01	
	3) 2,36 2,36	221,0	2,28	221,5	—0,08	—3,4	2,37	+0,01	+0,09
Toscani „La Nationale"	1) 4,12 4,12		4,05		—0,07	—1,7	4,13	+0.01	+0,08
	2) 4,09 4,08	220,0	4,01	221,0	—0,08	—2,0	4,11	+0,02	+0,10
Brissago Blauband **	2,42	218,5	2,34	221,0	—0,08	—3,3	2,43	+0,01	+0,09
Stumpen „Habana"-Bäumli	1) 1,27	218,0	1,21	220,0	—0,06	—4,7	1,28	+0,01	+0,07
	2) 1,27	217,5	1,23	219,5	—0,04	—3,2	1,29	+0,02	+0,06
Zigarren „Villiger"-Brasil	1) 1,67 1,66	218,5	1,61	221,0	—0,06	—3,6	1,70	+0,03	+0,09
Zigarren „Dannemann"-Brasil	2,29	216,5	2,18	220,0	—0,11	—4,8	2,40	+0,11	+0,22
Zigarretten „Camel"	1) 1,95 1,95	221,5	1,90	222,5	—0,05	—2,6	1,96	+0,01	+0,06
Zigaretten „Smart"	1) 1,31 1,32		1,28		—0,04	—3,0	1,31	—0,01	+0,03

Der Nornikotin-Anteil bei der Dipikratfällung:

Bei den 12 untersuchten Tabakproben beträgt der Anteil an Nornikotin bzw. Nebenalkaloiden 1—6 %, meistens 1—4 %. Die Schmelzpunkte der Gesamtalkaloid-Dipikrate liegen alle bis auf den Brasiltabak *Dannemann* innerhalb der im Handbuch der Lebensmittelchemie angegebenen Grenzen von 218—222,5° C. Da in keinem der untersuchten Tabake bedeutendere Mengen «Nornikotin» festgestellt werden konnten, musste auf die Isolierung und nähere Untersuchung des Nebenalkaloid-Anteils verzichtet werden.

Bei der Bewertung der beiden Methoden ergeben sich für das Pikrinsäureverfahren eindeutig folgende Vorteile:

1. Die Pikrinsäure als Fällungsmittel für Nikotin ist im Vergleich zur Kieselwolframsäure spezifischer.
2. Der Dipikratniederschlag zeigt nicht das unangenehme Bestreben zu Einschlüssen wie der Silicowolframatniederschlag.
3. Der Dipikratniederschlag enthält kein Kristallwasser und ist nicht hygroskopisch.
4. Mit Hilfe der Schmelzpunktbestimmung der «Gesamtalkaloid»-Dipikratfällung kann man leicht erkennen, ob der Niederschlag durch Nebenalkaloide verunreinigt ist. In derartigen Fällen kann mit dem Rest des Destillates eine «Reinnikotin»-Bestimmung vorgenommen werden.
5. Bei nikotinarmen Tabaken ist die Pikratmethode wegen ihrer grösseren Genauigkeit unbedingt vorzuziehen.

Zusammenfassung

Zahlreiche Versuche mit der Pikrinsäure- und der Kieselwolframsäure-Methode in reinen Nikotinlösungen und mit 12 verschiedenen Tabakproben zeigten die Überlegenheit der gravimetrischen Bestimmung des Nikotins als Dipikrat. Diese Methode gestattet auch, grössere Anteile an Nebenalkaloiden rasch zu erkennen.

Résumé

De nombreux essais de dosage de la nicotine, effectués par la méthode à l'acide pricrique et par celle à l'acide silicotungstique, dans des solutions de nicotine et sur 12 échantillons de tabacs ont montré la supériorité du dosage gravimétrique de la nicotine comme dipicrate. Cette méthode permet aussi de reconnaître rapidement la présence de quantités assez grandes d'alcaloïdes secondaires.

Literatur

[1]) *Rasmussen:* Z. analyt. Ch. **55**, 92 (1916).
[2]) *Pfyl* und *Schmitt:* Z.U.L. **54**, 65 (1927).
[3]) *Waser* und *Stähli:* Z.U.L. **64**. 470, 569 (1932).
[4]) *Staikoff:* Z.U.L. **84**, 492 (1942).
[5]) *König* und *Dörr:* Z.U.L. **67**, 137 (1934).
[6]) *Pyriki:* Z.U.L. **86**, 94 (1943).
[7]) Handbuch der Lebensmittelchemie, Band VI, Seite 296.
[8]) *Bergwall:* Handbuch der Lebensmittelchemie, Band VI, Seite 298.