

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Herausgeber:** Bundesamt für Gesundheit  
**Band:** 50 (1959)  
**Heft:** 3

**Artikel:** Photometrische Nikotinbestimmung in Tabak und Tabakrauch  
**Autor:** Waltz, P. / Häusermann, M. / Nyari, E.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-983420>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **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. [Voir Informations légales.](#)

### **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. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 08.02.2025

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

# Photometrische Nikotinbestimmung in Tabak und Tabakrauch

Von *P. Waltz, M. Häusermann* und *E. Nyari*

(Aus der Abteilung für Forschung und Entwicklung der Vereinigten Tabakfabriken AG,  
Neuchâtel-Serrières)

## Vorbemerkung:

Vor kurzem haben *Wartman* und *Harlow* über eine photometrische Methode zur Bestimmung des Nikotins im Tabakrauch berichtet <sup>5)</sup>. Wir haben das Verfahren nachgeprüft und unseren spezifischen Anforderungen angepasst. Die guten Erfahrungen, die wir mit dieser Methode seit mehreren Monaten machten, veranlassen uns, das Verfahren hier zu beschreiben, insbesondere da die diesbezügliche Mitteilung der amerikanischen Autoren nicht allgemein zugänglich ist.

## Grundsätzliches

Das Nikotin besitzt eine mittelstarke Absorptionsbande im Ultraviolett und kann daher spektrophotometrisch erfasst werden. Eine brauchbare analytische Bestimmungsmethode, die auf diesem Prinzip beruht, wurde von *Willits* et al. <sup>2)</sup> veröffentlicht. In der Anwendung auf Tabak war diese Methode schneller, spezifischer und reproduzierbarer als die gravimetrische Kieselwolframatmethode. In bezug auf die Spezifität ist allerdings festzuhalten, dass das Nornikotin das gleiche Absorptionsspektrum aufweist wie das Nikotin und daher miterfasst wird. Von den anderen Tabakalkaloiden können noch das Dihydronicotyrin und das Myosmin in sehr geringem Ausmasse stören, während Nicotyrin, Nornicotyrin und Metanicotin ohne Einfluss auf das Messresultat sind (*Swain* et al. <sup>1)</sup>).

Die von *Willits* für die Nikotinbestimmung im Tabak ausgearbeitete Methode wurde von *Wartman* und *Harlow* <sup>5)</sup> auf den Tabakrauch übertragen.

Sowohl in der Anwendung auf Tabak wie auf Tabakrauch gibt die photometrische Methode richtige, das heisst mit der gravimetrischen Methode übereinstimmende Nikotinwerte.

Das Absorptionsspektrum des Nikotins (Fig. 1, Kurve a) hat das Maximum bei 259 m $\mu$ . Die molare Extinktion in schwach mineralaurer Lösung (mindestens 0,02 n an Salzsäure, Schwefelsäure oder Phosphorsäure) ist gleich 5570 im Konzentrationsbereich von 5 bis 26  $\mu$ g Nikotin pro Milliliter Messlösung. In diesem Konzentrationsbereich ist das Beer'sche Gesetz gültig, die Extinktion also proportional der Nikotinkonzentration. Aus Messungen an Reinnikotin haben wir den Proportionalitätsfaktor 29,1 ermittelt. Die Gleichung der Eichgeraden lautet daher

$$\text{mg Nikotin pro Liter} = 29,1 \cdot \text{Extinktion bei } 259 \text{ m}\mu.$$

## Messprinzip

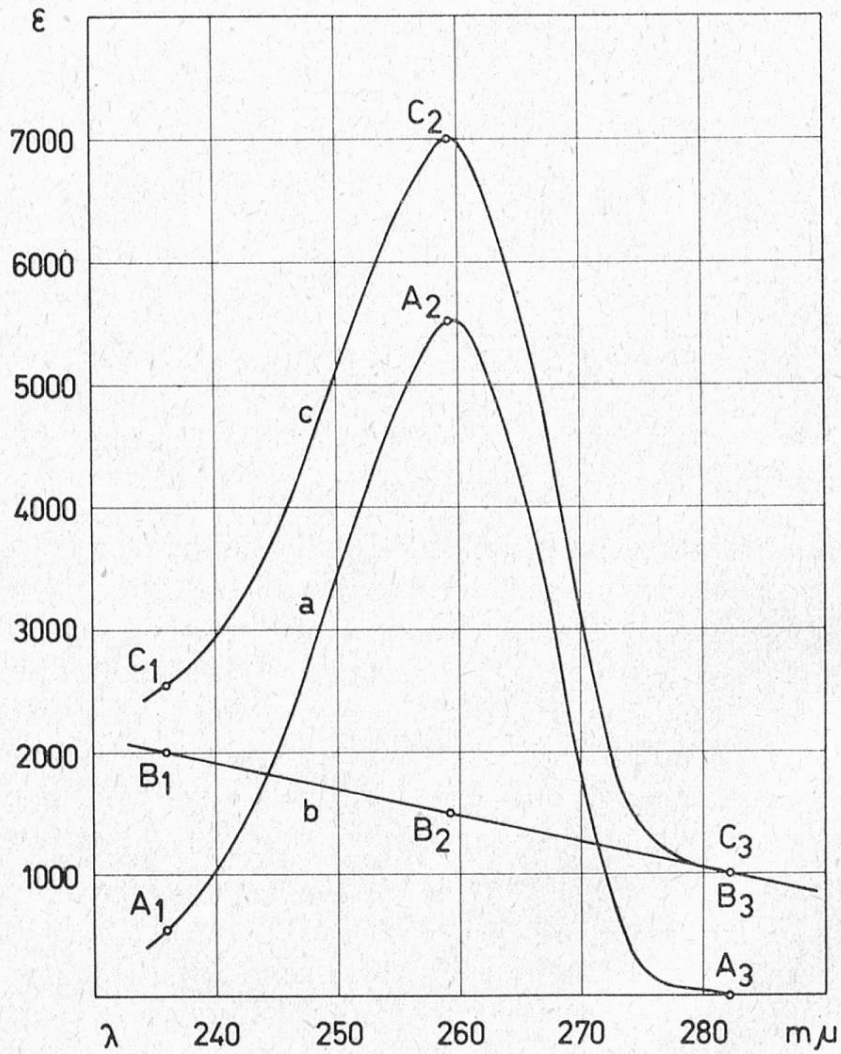


Fig. 1

Absorptionsspektrum von Nikotin in 0,05 n-Salzsäure

- Kurve a: Reinnikotin
- Kurve b: Störspektrum, herrührend von alkaloidfremden wasserdampflichten Substanzen in Tabak und Tabakrauch
- Kurve c: Ueberlagerungsspektrum a plus b

In dieser Form kann die Methode unmittelbar zur Konzentrationsbestimmung von Reinnikotinlösungen verwendet werden.

Sie ist hingegen nicht direkt brauchbar, falls das Nikotin als Tabak- oder Rauchdestillat vorliegt. In diesem Fall erhöht sich die Extinktion  $A_2$  des Reinnikotins um den Betrag  $B_2$ , wobei letztere von neutralen oder basischen wasserdampflichen Begleitstoffen herrührt. Wir messen also unter praktischen Bedingungen nicht  $A_2$ , sondern die Summe  $A_2 + B_2 = C_2$ . Das «praktische» Absorptionsspektrum (Fig. 1, Kurve c) ist gleich der Summe der Absorptionsspektren des Reinnikotins (Fig. 1, Kurve a) und der Störsubstanzen (Fig. 1, Kurve b).

*Willits* postuliert ein geradliniges Störspektrum b. Diese Annahme erlaubt es ihm, die Netto-Extinktion  $A_2$  auf Grund von drei Absorptionmessungen  $C_1$ ,  $C_2$  und  $C_3$  rein rechnerisch zu ermitteln. Zu diesem Zweck misst er  $C_1$  und  $C_3$  bei zwei Wellenlängen, die um 23  $m\mu$  niedriger, bzw. höher sind als die Wellenlänge des Absorptionsmaximums  $C_2$ .

$A_2$  berechnet sich dann nach der Gleichung

$$A_2 = f \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{2} \right) \quad (I)$$

Der Faktor  $f$  wird durch Messungen an Reinnikotinlösungen ermittelt, da in diesem Spezialfall die Gleichung (I) zu (Ia) wird:

$$A_2 = f \left( A_2 - \frac{A_1 + A_3}{2} \right) \quad (Ia)$$

$A_2$  kann nun mit Hilfe der Eichkurve mit der Nikotinkonzentration  $c$  in Beziehung gebracht werden:

$$c = k \cdot A_2 \quad (II)$$

Die Gleichungen (I) und (II) werden zur praktischen Arbeitsformel vereinigt:

$$c = k \cdot f \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{2} \right) \quad (III)$$

$c$  = mg Nikotin pro 1000 ml Messlösung

$k$  = Steigung der Eichgeraden = 29,1 (Wert ermittelt nach der Methode von *Wartman* und *Harlow*, wobei der tatsächliche Nikotingehalt der Lösung gravimetrisch mit der Kieselwolframatmethode bestimmt wurde).

$f$  = Faktor ermittelt gemäss (Ia). *Willits* findet  $f = 1,059$ ; wir haben einen Wert  $f = 1,06$  erhalten.

$C_1$  = Extinktion gemessen bei 236  $m\mu$

$C_2$  = Extinktion gemessen bei 259  $m\mu$

$C_3$  = Extinktion gemessen bei 282  $m\mu$

Zur Erhöhung der optischen Messgenauigkeit wird  $C_2$  in einer  $n$  mal verdünnteren Lösung gemessen als  $C_1$  und  $C_3$ . Wir schreiben daher

$$c = k \cdot f \quad \left( nC_2 - \frac{C_1 + C_3}{2} \right)$$

$$c = kfn \quad \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{2n} \right) \quad (\text{IV})$$

### Experimenteller Teil

Die optischen Messungen wurden mit einem Spektrophotometer Beckman Modell DU in Quarzküvetten ausgeführt.

#### Lösungen und Reagentien:

Destilliertes Wasser (im folgenden Wasser genannt). Das Wasser muss bei 236 m $\mu$  optisch leer sein. Alle Lösungen wurden mit diesem Wasser angesetzt.

Schwefelsäure 0,1 n und 0,2 n.

Salzsäure 0,05 n und 1 n.

Natriumhydroxyd reinst als 30 %ige Lösung.

Natriumchlorid.

Nikotin Ph. H. V.

Magnesiumoxyd pulverisiert.

#### Bestimmung der Steigung $k$ der Eichgeraden:

(Nach *Wartman* und *Harlow*). 0,55 ml Nikotin werden in 90 ml 0,2 n-Schwefelsäure gelöst; aus der Lösung werden 30 bis 50 ml Wasser wegdestilliert. Nach dem Abkühlen wird die Lösung mit etwa 1 ml 30 %igem Natriumhydroxyd auf Phenolphthalein neutralisiert und nach Zugabe von 0,7 g Magnesiumoxyd mit Wasserdampf in einen 500 ml-Messzylinder destilliert, der 57 ml 1 n-Salzsäure enthält. Wenn die 500 ml-Marke erreicht ist, wird die Destillation abgebrochen und das Destillat mit Wasser auf 1000 ml verdünnt. (Lösung A).

In je 100 ml der Lösung A wird die Nikotinkonzentration  $c$  nach einer gravimetrischen Standardmethode (z.B. nach *Staub* und *Furrer*<sup>3)</sup>) bestimmt.

Für die photometrische Bestimmung werden 1, 2, 4 und 5 ml Lösung A in je einen 100 ml-Messkolben pipettiert und mit 0,05 n-Salzsäure zur Marke verdünnt. Man misst die Extinktion  $A_2$  bei 259 m $\mu$  in jeder dieser Verdünnungen und berechnet die Regressionsgerade

$$c = k A_2 + b.$$

Unsere Messungen haben zur Geraden

$$c = 29,1 A_2 - 0,027 \quad (\text{IIa})$$

geführt. Die Konstante 0,027 kann vernachlässigt werden; die Steigung der Eichgerade ist  $k = 29,1$ .

#### Bestimmung des Faktors $f$ :

(Nach *Willits* et. al.). 4 und 25 ml der Nikotinslösung A werden mit 0,05 n-Salzsäure auf je 100 ml verdünnt (Verdünnungsfaktoren  $n = 25$  bzw. 4). Man misst die Extinktionen  $A_2$  (259 m $\mu$ ) in der Verdünnung  $n = 25$  und  $A_1$  (236 m $\mu$ ) und  $A_3$  (282 m $\mu$ ) in der

Verdünnung  $n = 4$ . Die Messwerte werden je mit dem zugehörigen Verdünnungsfaktor multipliziert und in die Gleichung (Ia) eingesetzt, wobei für  $f$  folgender Ausdruck erhalten wird:

$$f = \frac{25 A_2}{25 A_2 - 2 (A_1 + A_3)} \quad (\text{Ib})$$

Unsere Messungen haben für  $f$  den Wert 1,06 ergeben.

### *Nikotinbestimmung im Tabak (Normalverfahren):*

Die Tabakeinwaage richtet sich nach dem Nikotingehalt des Tabaks, wobei als Richtlinie gilt:

Vermuteter Nikotingehalt:	1 ‰	Einwaage :	1500 mg
	1,5 ‰		1000 mg
	2 ‰		750 mg

Das genau eingewogene trockene Tabakpulver wird in das Destillationsgefäß eingeführt, mit 20 g Natriumchlorid, 50 ml Wasser und 10 ml 30 ‰igem Natriumhydroxyd gemischt und mit Wasserdampf in einen 250 ml-Messkolben destilliert, der 15 ml 1 n-Salzsäure enthält. Nach etwa 15 Minuten soll der Messkolben bis fast zur Marke mit Destillat gefüllt sein. Die Destillation wird abgebrochen, und das Destillat bis zur Marke mit Wasser verdünnt (Lösung I). 5 ml der Lösung I werden mit 0,05 n-Salzsäure auf 25 ml verdünnt (Lösung II). Die Lösungen I und II behalten ihren Titer während mindestens 12 Stunden. Zur Extinktionsmessung füllt man je eine Quarzküvette mit den Lösungen I und II; die Nullküvette enthält Wasser als Vergleichslösung. Die Extinktionen  $C_1$  (236 m $\mu$ ) und  $C_3$  (282 m $\mu$ ) werden in der Lösung I, die Extinktion  $C_2$  (259 m $\mu$ ) in der Lösung II gemessen.

$$\% \text{ Nikotin im Tabak} = \frac{3856}{p} \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{10} \right) \quad (\text{V})$$

( $p$  = Tabakeinwaage in mg).

### *Nikotinbestimmung im Tabak (Verfahren für kleine Einwaagen):*

Mit Ausnahme der folgenden Schritte wird vorgegangen wie beim Normalverfahren:

- a) Einwaage: Ein Fünftel bis ein Zehntel der im Normalverfahren üblichen Tabakmenge.
- b) Extinktionsmessung: Alle drei Extinktionen werden in der Lösung I (das heisst im nicht weiter verdünnten Destillat) gemessen.
- c) Berechnung:

$$\% \text{ Nikotin im Tabak} = \frac{771,25}{p} \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{2} \right) \quad (\text{VI})$$

### *Nikotinbestimmung im Tabakrauch (Normalverfahren):*

10 Zigaretten werden nach einem der üblichen Verfahren abgeraucht (z.B. nach Staub und Furrer<sup>4</sup>). Die Rauchdispersion wird in 100 ml Chloroform aufgenommen und nacheinander mit 100 und 50 ml 0,1 n-Schwefelsäure extrahiert. Die schwefelsauren Extrakte werden in einem 200 ml-Messkolben vereinigt und mit 0,1 n-Schwefelsäure bis zur Marke verdünnt. Je nach dem Nikotingehalt der verrauchten Zigaretten und der

Wirksamkeit der Zigarettenfilter wird ein Aliquot  $V_a$  von 50, 75 oder 95 ml dieser Lösung in das Destillationsgefäß pipettiert und während 5 Minuten leicht gekocht, um das Chloroform auszutreiben. Die Lösung wird dann mit Wasser auf etwa 100 ml aufgefüllt, unter dem Wasserhahn auf 20° C abgekühlt und mit 25 ml 30 %igem Natriumhydroxyd versetzt. Man destilliert mit Wasserdampf in einen 250 ml-Messkolben, der 15 ml 1 n-Salzsäure enthält. Die Destillation ist nach 10 bis 15 Minuten beendet. Man fährt fort wie bei der Nikotinbestimmung im Tabak (Normalverfahren).

$$\text{mg Nikotin pro Zigarette} = \frac{771,25}{V_a} \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{10} \right) \quad (\text{VII})$$

( $V_a$  = destilliertes Aliquot des sauren Nikotinauszugs in ml).

#### *Nikotinbestimmung im Rauch einer einzelnen Zigarette:*

Der Rauch einer Zigarette wird in etwa 70 ml Chloroform aufgenommen, und die Lösung zweimal mit je 50 ml 0,1 n-Schwefelsäure extrahiert. Die schwefelsauren Extrakte werden im Destillationsgefäß vereinigt und gemäss dem Normalverfahren weiter behandelt. Alle drei Extinktionen werden unmittelbar im salzsauren Destillat gemessen.

$$\text{mg Nikotin pro Zigarette} = 7,71 \left( C_2 - \frac{C_1 + C_3}{2} \right) \quad (\text{VIII})$$

### Diskussion der Methode

Bei der Ausarbeitung und der Anwendung der Methode wurden folgende Beobachtungen gemacht:

1. Bei genauer Einhaltung der Arbeitsvorschriften führt die photometrische Methode zu den gleichen Resultaten wie die gravimetrische Kieselwolframsäuremethode.
2. Die photometrische Methode ist empfindlicher und in der Normalausführung ebenso reproduzierbar wie die gravimetrische Methode.
3. Bei entsprechender Wahl der Arbeitsbedingungen kann mit der photometrischen Methode eine zeh- bis zwanzigmal kleinere Nikotinmenge erfasst werden als mit der gravimetrischen Methode, allerdings mit einer gewissen Genauigkeitseinbusse.
4. Um genaue und reproduzierbare Resultate zu erhalten, sind folgende Bedingungen genau einzuhalten: Homogenität und Feinheit des Tabakpulvers; Destillationszeit bei der Nikotinbestimmung im Tabak; Verhältnis des Destillatvolumens zum Distillandvolumen; Reinheit der Quarzküvetten.
5. Weniger kritisch sind die Laugenkonzentration bei der Destillation und die Normalität der Säure für die optische Messung.
6. Bei der Destillation des Rauchnikotins muss kein Natriumchlorid zugesetzt werden.

### *Zusammenfassung*

Es wird in gedrängter Form eine photometrische Methode zur Bestimmung von Nikotin in Tabak und Tabakrauch beschrieben. Sie beruht im wesentlichen auf Angaben amerikanischer Autoren. Die Methode ist bedeutend schneller als die gravimetrische Methode, aber ebenso zuverlässig in bezug auf die Resultate. Sie ermöglicht ausserdem, unter Verzicht auf höchste Genauigkeit, die Bestimmung sehr kleiner Nikotinmengen.

### *Résumé*

Le travail décrit une méthode photométrique de dosage de la nicotine dans le tabac et la fumée de tabac, méthode basée essentiellement sur des travaux d'auteurs américains. Les avantages de la méthode photométrique, par rapport aux méthodes gravimétriques, résident dans sa rapidité et sa sensibilité pour une exactitude et une précision sensiblement égales.

### *Summary*

A procedure is described for the photometric determination of nicotine in tobacco and tobacco smoke, which is based on a method published by American authors. The photometric method is as exact and precise as the standard gravimetric procedures for the determination of nicotine, but presents the advantages of being more rapid and more sensitive.

### *Literatur*

- 1) *L. M. Swain, A. Eisner, C. F. Woodward und B. A. Brice* (Eastern Regional Research Laboratory), *J. Am. Chem. Soc.* **71**, 1341–1345 (1949).
- 2) *C. O. Willits, L. M. Swain, J. A. Connelly und B. A. Brice* (Eastern Regional Research Laboratory), *Anal. Chem.* **22**, 430–435 (1950).
- 3) *M. Staub und H. Furrer*, *diese Mitt.* **43**, 495/96 (1952).
- 4) *M. Staub und H. Furrer*, *diese Mitt.* **48**, 94–116 (1957).
- 5) *W. B. Wartman und E. S. Harlow* (American Tobacco Company), Communication presented at the 133rd National Meeting of the American Chemical Society, San Francisco, California, April 13–18, 1958.