

Eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung des Nicotins¹⁾.

Von

Maximilian Popovici.

(Mittheilung aus der chemischen Abtheilung des physiologischen Instituts zu Berlin.)

(Der Redaction zugegangen am 1. März 1889.)

Schon längere Zeit im Auftrage der Rumänischen Tabaksregie mit der Untersuchung rumänischer Tabake beschäftigt, folgte ich im Winter-Semester 88/89 dem Vorschlage des Herrn Prof. A. Kossel, einmal zu versuchen, ob sich das Verhalten des Nicotins²⁾ zum polarisirten Lichte nicht zur quantitativen Bestimmung dieser Base verwerthen lasse. In der That gelang es mir, auf diesem Wege eine Methode zu finden, welche, wie aus den weiter unten mitzutheilenden Einzelheiten ohne Weiteres ersichtlich ist, an Einfachheit und Zuverlässigkeit alle bis jetzt bekamten Methoden der Nicotinbestimmung bei Weitem übertrifft.

Zur Extraction des Nicotins aus dem Tabak bediente ich mich des von Kissling angegebenen Verfahrens, nach welchem eine gewogene Menge, 20 gr.³⁾, ziemlich homogenes

¹⁾ Die ausführliche Mittheilung erfolgt später in der Inaugural-Dissertation des Verfassers.

²⁾ Das spezifische Drehungsvermögen des Nicotin (α)_D = 161,55 (Landolt). Nicotin für sich und in alkalischer Lösung ist links-, in saurer Lösung rechtsdrehend.

³⁾ Von nicotinarmen Tabaken können 30–40 gr. zur Behandlung gelangen.

Tabakspulver mit 10 ccm. einer verdünnten alkoholischen Natronlösung (6 gr. Natriumhydroxyd in 40 ccm. Wasser gelöst und mit 60 ccm. circa 95procentigem Alkohol versetzt) imprägnirt und dann in einem Soxhlet'schen Extractions-Apparat mit Aether 3—4 Stunden ausgezogen werden.

Der ätherische Auszug wird nun in demselben Kolben, welcher das Aetherextract am Extractions-Apparat aufgenommen hat, mit 10 ccm. einer ziemlich concentrirten salpetersauren Phosphormolybdänsäurelösung geschüttelt, wodurch Nicotin, Ammoniak etc. als ein leicht zu Boden sinkender Niederschlag ausgefällt werden, und die überstehende Aetherschicht sorgfältig abgegossen. Der den Niederschlag enthaltende Schlamm wird durch Zusatz von destillirtem Wasser auf das Volumen von 50 ccm. gebracht und alsdann das Nicotin durch Hinzufügung von 8 gr. fein gepulvertem Bariumhydroxyd in Freiheit gesetzt. Da die Zersetzung langsam erfolgt, so empfiehlt es sich, den Kolben mindestens einige Stunden, unter zeitweiligem Umschütteln, stehen zu lassen. Der anfänglich blaue Niederschlag ändert seine Farbe bald in blaugrün und wird schliesslich gelb.

Das erhaltene alkalische Zersetzungsproduct, welches freies Nicotin enthält, wird filtrirt, mit dem immer etwas gelb gefärbten klaren Filtrate eine Polarisationsröhre gefüllt, und mittelst eines Polarisationsapparates der Drehungswinkel in Minuten abgelesen.

Um aus dem Drehungswinkel die Menge des Nicotins zu berechnen, bediente ich mich einer Tabelle, welche in folgender Weise zusammengestellt ist. Ich bereitete ätherische Lösungen von bekanntem Gehalt an Nicotin, füllte aus denselben genau nach dem eben angegebenen Verfahren das Nicotin heraus und bestimmte die Ablenkung der Polarisationssebene durch eine zwei Decimeter lange Schicht der Lösung. Durch die Untersuchung von 15 verschiedenen Lösungen, deren Nicotingehalt zwischen 0,250 gr. und 2,000-gr. in 50 ccm. wechselte, gewann ich die in Tabelle I enthaltenen Zahlen.

Um nun einen Tabak auf seinen Nicotingehalt zu prüfen, behandelt man eine abgewogene Menge desselben in der oben ausgeführten Weise und bestimmt den Drehungswinkel der so erhaltenen Nicotidlösung.

Aus der gefundenen Zahl (Minuten) ergibt sich dann der Nicotingehalt der angewandten Tabaksmenge entweder durch directe Vergleichung dieser Zahl mit der Tabelle oder durch Multiplication derselben mit den in der letzten Colonne der Tabelle angegebenen Coefficienten.

Tabelle I.

	50 chem. Lösung ent- halten Nicotin in gr.	Differenz in gr.	Die beobachteten Drehungs- winkel in Minuten.	Differenz in Minuten.	Einer Minute ent- sprechende Nicotin- menge in gr.
1	2,000	—	337	—	—
2	1,875	0,125	318	19	0,00658
3	1,750	»	298	20	0,00625
4	1,625	»	278	»	»
5	1,500	»	258	»	»
6	1,375	»	238	»	»
7	1,250	»	217	21	0,00595
8	1,125	»	196	»	»
9	1,000	»	175	»	»
10	0,875	»	154	»	»
11	0,750	»	133	»	»
12	0,625	»	111	22	0,00569
13	0,500	»	89	»	»
14	0,375	»	67	»	»
15	0,250	»	45	»	»

Für die Aufstellung einer solchen Tabelle, sowie für die practische Ausführung der Versuche ist zu beachten, dass die Menge des Fällungsmittels, des hinzuzufügenden Wassers, des zur Zersetzung des Niederschlages angewandten Alkalis, sowie die Länge der zur Polarisation dienenden Röhre bei allen Versuchen genau dieselbe sein muss. Naturgemäss wird sich

die Genauigkeit der Resultate mit der Länge des benutzten Polarisationsrohres und der Vollkommenheit des angewandten Polarisationsapparates steigern.

Mir stand zu meinen Untersuchungen eine Röhre von 2 Decimeter Länge, sowie ein mittelgrosser Halbschattenapparat zur Verfügung, dessen Angaben sich allerdings nur auf Minuten erstreckten. Dies, sowie der Umstand, dass meine Natriumflamme nicht ganz gleichmässiges Licht gab, veranlassten mich, jedesmal 5 Ablesungen vorzunehmen, aus den gefundenen Zahlen das arithmetische Mittel als gefundenen Werth anzunehmen und in runden Zahlen von Minuten anzugeben. Die Differenz zwischen 2 Beobachtungen war nie grösser als 2—5 Minuten.

Zur Prüfung der Genauigkeit der von mir bearbeiteten Methode bestimmte ich den Nicotingehalt verschiedener rumänischer Tabaksorten zugleich nach meiner, sowie nach der Kissling'schen Methode, die bis jetzt als die brauchbarste galt. Das von Kissling angegebene Verfahren besteht bekanntlich aus folgenden Manipulationen. Man extrahirt den Tabak mit Aether, wie es oben angegeben ist, befreit sodann das Aetherextract durch Destillation vom Aether, nimmt den Rückstand mit Wasser auf und destillirt das Nicotin nach Zusatz von einer vorgeschriebenen Menge Natronhydrat mit Wasserdämpfen über. Im Destillat bestimmt man die Menge der freien Base durch Titration¹⁾.

Die Resultate der vergleichenden Versuche sind in der nachfolgenden Tabelle II zusammengestellt. Nach meiner Methode erhielt ich regelmässig etwas mehr Nicotin, als bei Anwendung des Kissling'schen Verfahrens. Wahrscheinlich ist diese Differenz darauf zurückzuführen, dass bei Anwendung der Kissling'schen Methode stets ein wenig Nicotin während des Abdestillirens des Aethers verflüchtigt wird.

¹⁾ Statt Rosolsäure benutzte ich Phenacetolin als Indicator, das bei Nicotin einen deutlicheren Farbenübergang aufweist.

Tabelle II.

Tabaksorten.		Nicotin-Gehalt in „	
		nach Kissling	Polar- metrisch.
1	Persitschan in Rumänien gebaut (fermentirt)	2,90	2,91
2	» » » (nicht ferm.)	3,13	3,16
3	» in der Türkei » (fermentirt)	3,29	3,31
4	Samson in Rumänien gebaut (fermentirt)	2,78	2,82
5	» » » (nicht ferm.)	1,88	1,94
6	» in der Türkei (fermentirt)	3,86	3,95
7	Jaka in Rumänien gebaut (fermentirt) I. Qualität	3,64	3,68
8	» » » » II. »	3,41	3,45
9	» » » » III. »	3,83	3,88
10	» » » (nicht ferm.) I.	3,84	3,88
11	» » » » II.	3,13	3,21
12	» » » » III.	2,99	3,00
13	» in der Türkei » (fermentirt) I.	3,57	3,62
14	» » » » II.	2,93	2,94
15	» » » » III.	3,47	3,51