



Analyse von Nicotin aus Tabakblättern

Untersuchungen nach historischen Texten

Projektarbeit im Institut Dr. Flad

von

Melani Djurdjevac

und

Martin Trautner

Betreuung: Prof. Dr. Georg Schwedt, TU Clausthal



Gliederung:

1. Aufgabenstellung

1.1 Originalrezept aus Gerding: „Volks – Chemie für Hausfrauen und Gewerbsleute“ (1860). Rezept zur Analyse von Tabak aus Tabakblättern

1.2 Nachweis von Nicotin aus Tabakblättern

1.2.1 nach der Methode von B. Pfyf und O. Schmitt von 1927 (quantitativ)

1.2.2 nach der Methode von Toth (quantitativ)

1.2.3 mit der Dünnschichtchromatographie (qualitativ)

1.2.4 photometrisch nach § 35 LMBG (quantitativ)

1.3 Vergleich der in 1.2 genannten Methoden mit aktuellen Methoden der Praxis am Beispiel der „Continuous Flow Analysis.“

1.4 Extraktion von reinem Nicotin mit Hilfe der Flüssig – Flüssig – Verteilung.

1.5 Variation der Versuchsbedingungen und Beschreibung der Ergebnisse

2. Einleitung

2.1 Allgemeines zum Nicotin

2.2 Struktur des Moleküls

2.3 Physikalische Eigenschaften

2.4 Grundlagen der Nachweismethoden

2.5 Gegenstand der Untersuchung



3.Durchführungen/Rezepte

3.1 Methode nach B. Pfyl und O. Schmitt

3.2 Methode nach Toth

3.3 Dünnschichtchromatographie

3.4 Photometrische Bestimmung

3.5 Flüssig-Flüssig-Verteilung

4.Auswertung und Ergebnisse, Fehlerabschätzung

5.Zusammenfassung

6.Schlusswort/Anlagen/Quellennachweis



2. Einleitung:

2.1 Allgemeines zum Nicotin

Nicotin ($C_{10}H_{14}N_2$) kommt als Hauptalkaloid in der Tabakpflanze (*Nicotiana tabacum*) vor. Es wird in den Wurzeln der Pflanze gebildet und reichert sich in den Blättern der Pflanze während des Wachstumsprozesses an. Nicotin ist eine farblose, ölarartige Substanz, die sich an Luft braun färbt. Dabei wird das Nicotin dickflüssig bis harzartig.

Nicotin ist eines der stärksten Pflanzengifte, Dosen von 20 bis 50 mg sind bereits tödlich. Nicotin wurde 1828 in Heidelberg von dem Chemiestudenten Reimann und dem Medizinstudenten Posselt entdeckt. Aus Ihrer preisgekrönten, lateinisch beschriebenen Studie über den Wirkstoff in den Tabakblättern „De Nicotiniana – Über die Tabakpflanze“ leiteten sie den Namen Nicotin ab. Nomenklaturgerecht ist Nicotin 3-(1-Methyl-2-pyrrolidiny)-pyridin. Nicotin wirkt schon in kleinen Mengen anregend auf das vegetative Nervensystem. Es führt zu erhöhtem Speichelfluss und einer Blutdrucksteigerung. Als Neurotransmitter hat es aber auch beruhigende Wirkung, was bei einer Überdosierung zur Lähmung des Atemzentrums und somit zum Tod führt. Die beruhigenden und z.T. leistungssteigernden Eigenschaften macht man sich schon seit Jahrtausenden zunutze indem man die Blätter des Tabaks in Form von Zigaretten als Genussmittel raucht.

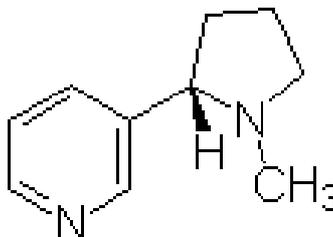
Nicotin wird schnell vom Körper abgebaut, somit kommt ein Raucher beim Zigarettenkonsum nie auf die letale Dosis.

Die toxischen Eigenschaften hat man sich dahingehend zu Nutze gemacht, dass man es als Schädlingsbekämpfungsmittel eingesetzt hat. Es kam vor allem als wirksames Insektizid zum Einsatz.

Ausführliche Informationen über Nicotin kann man in den im Quellenverzeichnis angegebenen Internetseiten erhalten.

2.2 Struktur des Moleküls

Nicotin gehört zu den Alkaloiden des Pyridin-Typs. Das Nicotinmolekül besteht aus einem Pyridinkern und hat als Substituenten in 3- Stellung einen N-Methyl-tetrahydropyrrolring.





2.3 Physikalische Eigenschaften/Daten

Molare Masse	162,24 g · mol ⁻¹
Siedepunkt	115°C (16 hPa)
Schmelzpunkt	-79°C
Flammpunkt	101°C
Zündtemperatur	240°C
Dichte d ²⁰	1,0092 g · cm ³
Löslichkeit in H ₂ O (20°C)	löslich
Dampfdruck (25°C)	0,05 hPa
Brechungsindex n _D ^{22,4}	1,5239
pH-Wert (8,1g · l ⁻¹ /20°C)	10,2
R – Sätze	25-27-51/53
S – Sätze	36/37-45-61
Giftklasse	CH
Eigenschaften	hygroskopisch
	sehr giftig
	umweltgefährlich
	wasserdampflich
MAK	0,07ml · m ³ / 0,47 mg · m ³

2.4 Grundlagen der Nachweismethoden

Die Tabakblätter müssen von Blattstielen befreit und vorgetrocknet (über Schwefelsäure/Trockenschrank bei max. 40°C) werden. Mit Hilfe der Wasserdampfdestillation im Alkalischen (pH ~ 10) wird das Nicotin aus den Tabakblättern herausgelöst. Dabei hat sich in unseren Untersuchungen herausgestellt, dass es prinzipiell egal ist, wie man diesen pH-Wert einstellt (Die Verwendung von CaO/ MgO/NaOH hat vergleichbare Ergebnisse geliefert). Welchen Einfluss ein ansäuern der Probe vor der Destillation mit Schwefelsäure, bzw. die Zugabe von großen Mengen Natriumchlorid hat, konnte aus Zeitgründen nicht genauer untersucht werden. Aufgrund der erhaltenen Messwerte kann man jedoch die Aussage machen, dass bei der Verwendung von Natriumchlorid bei unseren Messungen höhere Nicotingehalte bestimmt werden konnten.

Nicotin kann mit geeigneten Lösungsmitteln durch Ausschütteln dem alkalischen Destillat entzogen werden. Geeignete Lösungsmittel sind Diethylether (Äther), Chloroform, Ethylacetat, Ethylenchloride (usw.). Aus diesen Lösungsmitteln kann man das Nicotin wiederum mit verdünnten Säuren extrahieren.

Was die aktuellen Nachweismethoden betrifft, so wurden weltweit Ringversuche durchgeführt, um reproduzierbare Ergebnisse mit verschiedenen Methoden zu erhalten.

Verglichen wurden beispielsweise die Methyl-t-butylether –Extraktion mit Kapillar – GC, die n-Hexan –Extraktion mit gepackten Säule – GC, die Methanol/Ammoniak – Extraktion mit Kapillar – GC und die Wasser – Extraktion mit „Continuous Flow Analysis.

Hier wurden Wiederholbarkeit, Reproduzierbarkeit und die Abweichungen untersucht. Detaillierte Informationen hierzu finden Sie unter „Anlagen/Quellennachweis.“

2.5 Gegenstand der Untersuchung

Die Rohtabaksorten „Virginia“, „Orient“, „Burley“, und der Fertigtabak „American Spirit“ wurden mit den Methoden nach B. Pfyf/O. Schmitt, nach Toth, mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie und der Photometrie qualitativ und quantitativ bestimmt.

Die Ergebnisse dieser z.T. „historischen“ Untersuchungsmethoden wurden untereinander und mit einer aktuellen Analysenmethode, der „Continuous Flow Analysis“ verglichen.

Die Ergebnisse der Continuous Flow Analysis erhielten wir von der Firma Heintz van Landewyck S.a.r.l./Luxembourg

Von dieser Firma haben wir auch die Musterblätter von „Virginia“, „Orient“ und „Burley“ zur Untersuchung erhalten.





3. Durchführungen/Rezepte

zur Untersuchung von Tabak und Tabakerzeugnissen

3.1 Nach der Methode von B. Pfyl und O. Schmitt (1927)

1. Anwendungsbereich und Zweck

Mithilfe dieser Methode nach B. Pfyl und O. Schmitt von 1927 lässt sich der Nicotiningehalt in Tabak und Tabakerzeugnissen ermitteln.

2. Kurzbeschreibung

Der über Schwefelsäure vorgetrocknete Tabak wird durch Sieben und Zerreiben in ein mittelfeines Pulver verwandelt. Nach dem Zusatz von Kochsalz und Magnesiumoxid wird die Probe der Wasserdampfdestillation unterworfen. Das Destillat wird neutralisiert und mit Pikrinsäurelösung versetzt.

Das entstandene Nicotinpicrat wird abgefiltert, das Filter in einen Messkolben gebracht, mit etwas Wasser und Phenolphthalein versetzt und mit 0,1 M Lauge bis zur bleibenden Rötung titriert. Nach Zusatz von Toluol wird zu Ende titriert, die Gehaltsbestimmung in Gramm Nicotin pro 100g Tabak erfolgt über Berechnung.

3. Bezeichnung des Verfahrens

Das Verfahren nach B. Pfyl und O. Schmitt von 1927 wurde der 5. Auflage von „Beythien, Laboratoriumshandbuch“ entnommen. Das Verfahren wird als äußerst brauchbar beschrieben und hat zu dieser Zeit frühere Bestimmungsarten wie z.B. die Fällung mit Kieselwolframsäure nach Bertrand – Javilliers (1909) oder mit Kaliumwismutjodid nach H. Thoms entbehrlich gemacht.

4. Geräte und Hilfsmittel

4.1 Analysenwaage

4.2 Sieb mit Drahtsiebboden, Maschenweite 0,5 mm

4.3 Mühle oder Reibschale

4.4 Standzylinder, Nennvolumen 200ml

4.5 Destillationsrundkolben mit 14cm Halslänge und 2,5 cm Halsdurchmesser, Nennvolumen 500ml

4.6 Wasserdampfdestillationsapparatur



4.7 Babotrichter

4.8 Messkolben mit Schliff, Nennvolumen 300ml

4.9 Saugtopf mit Nutsche. Nutschendurchmesser max.5,5cm

4.10 Papierfilter

4.11 Bürette

4.12 100ml Messkolben mit eingeschliffenem Stopfen

5. Chemikalien

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden. Das zur Untersuchung verwendete Wasser muss destilliert oder demineralisiert sein.

5.1 Natriumchlorid

5.2 Magnesiumoxid

S 22

5.3 Pikrinsäurelösung, Konzentration $0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 2-4-23/24/25 / S 28-35-37-45

5.4 Salzsäure, Konzentration $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 34-37 / S 26-36/39-45

5.5 Natronlauge, Konzentration $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 25/ S 26-37/39-45

5.6 Toluol

R 11-20 / S 16-25-29-33

5.7 Methylrot

5.8 Phenolphthalein (1:100)

R 10

6. Probenahme

Die Probenahme wird nach den für den jeweiligen Untersuchungszweck erforderlichen statistischen Grundsätzen durchgeführt.

7. Durchführung

Es sind mindestens drei unabhängige Bestimmungen unter gleichen Bedingungen durchzuführen.



7.1 Vorbereitung der Probe

Es muss darauf geachtet werden, dass ein homogenes Probengemisch vorliegt. Zur chemischen Untersuchung wird der entrippte und bei gewöhnlicher Temperatur über Schwefelsäure vorgetrocknete Tabak durch Zerreiben und Sieben unter Ausscheidung der schwer pulverisierbaren dickeren Aderteile in ein mittelfeines Pulver verwandelt. (Alternativ kann die Trocknung auch im Trockenschrank bei max. 40°C erfolgen)

7.2 Probenmenge

Zur Bestimmung werden ungefähr 10g Tabak genau eingewogen.

7.3 Wasserdampfdestillation

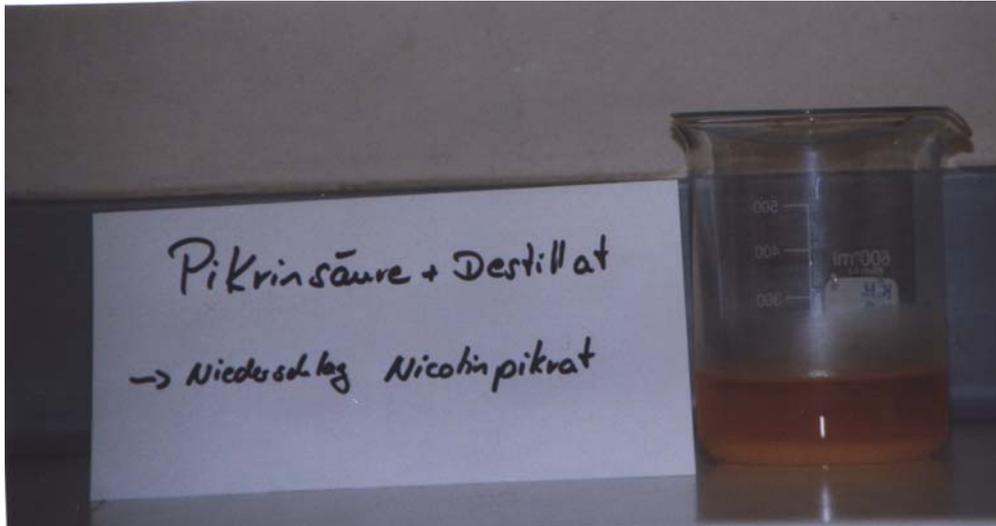
Man schüttelt 10g Tabak mit 150ml Wasser in einem 500ml – Kolben von 14 cm Halslänge und 2,5 cm Halsdurchmesser bis zur Durchfeuchtung, wiederholt nach Zusatz von 50g Kochsalz das Schütteln mehrmals in einer halben Stunde, gibt 2g mit Wasser angeriebenes Magnesiumoxid und soviel Wasser hinzu, dass im Ganzen 200ml Wasser vorhanden sind, und destilliert im Wasserdampfstrom.

Das zum Kühler führende Ableitungsrohr ist auf der Seite des Kolbens unten spitz zugeschmolzen, hat aber zwei seitliche Öffnungen, um das Mitreißen von Flüssigkeit zu verhindern. Während der Destillation wird der Kolben in einem Babotrichter erhitzt (alternativ :Wasserbad) und nun bis nahe zur Marke des als Vorlage dienenden 300ml – Messkolbens abdestilliert. 100ml des aufgefüllten Destillates werden gegen Methylrot mit 0,1 M Säure neutralisiert, mit 50ml Pikrinsäurelösung ($c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt und zwei Stunden in Wasser gekühlt. Ein entstandener Niederschlag von Nicotinpicrat wird durch ein Filter von höchstens 5,5 cm Durchmesser abgesaugt, zweimal mit der aufs Zehnfache verdünnten Pikrinlösung (4ml) und zweimal mit Wasser (4ml) gewaschen und das Filter in ein 100ml – Kölbchen mit eingeschliffenem Stopfen gebracht. Nach Zusatz von 10ml Wasser und 4 Tropfen Phenolphthalein (1:100) titriert man mit 0,1 M Lauge zur bleibenden Rötung, gibt 25ml Toluol hinzu und titriert unter Schütteln zu Ende.

8. Auswertung

8.1 Berechnung:

Der Verbrauch an 0,1 M Lauge mal 3 ergibt die Pikratzahl, letztere mal 0,081 die Menge des Nicotins in 100g Tabak.



3.2 Nicotinbestimmung nach der Methode von Toth

1. Anwendungsbereich und Zweck

Mithilfe dieser Methode kann ohne großen apparativen Aufwand der Nicotingehalt in Tabak bestimmt werden.

2. Kurzbeschreibung

Der Tabak wird nach vorsichtiger Trocknung (max. 40°C) durch Zermahlen und Sieben zu einem homogenen Pulver verarbeitet. Das Pulver wird mit Natronlauge und Gips verrieben, und nach Zugabe von Petrolether und Diethylether eine Stunde lang geschüttelt. Danach wird die Probe gefiltert, ein Teil des Filtrats mit Wasser und etwas Schwefelsäure versetzt und die überschüssige Säure mit 0,1 M Lauge zurücktitriert.

3. Bezeichnung des Verfahrens

Das Verfahren nach Toth wurde entnommen aus „Uhlmann, Enzyklopädie der technischen Chemie.“

4. Geräte und Hilfsmittel

- 4.1 Analysenwaage
- 4.2 Mühle
- 4.3 Mörser und Pistill
- 4.4 Schüttelflasche, Nennvolumen 250ml
- 4.5 Schnellauftrichter
- 4.6 Filterpapier
- 4.7 Bürette
- 4.8 2 Erlenmeyer – Kolben, Nennvolumen 300ml



5. Chemikalien

- 5.1 Natronlauge (w = 20%) R 25/ S 26-37/39-45
- 5.2 Gips (Calciumsulfat)
- 5.3 Diethylether R 12-19-22-66-67/ S 9-16-29-33
- 5.4 Petrolether R 11-52/53-65 / S 9-16-23.2-24-33-62
- 5.5 Schwefelsäure ($c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) R 35 / S 26-30-36/37/39-45
- 5.6 Natronlauge ($c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) R 25/ S 26-37/39-45
- 5.7 Jodeosin als Indikator R 36 / S 22-26

6. Probenahme

Die Probenahme wird nach den für den jeweiligen Untersuchungszweck erforderlichen statistischen Grundsätzen durchgeführt.

7. Durchführung

Es sind mindestens drei unabhängige Bestimmungen unter gleichen Bedingungen durchzuführen.



7.1 Vorbereitung der Probe

Aus den entrippten und vorgetrockneten Tabakblättern wird mit einer Mühle und mithilfe eines Siebes eine mittelfeine Siebfraktion abgenommen (Maschenweite 0,5mm)

7.2 Probenmenge

Für eine Einzelbestimmung werden 6g Tabakpulver eingewogen.

7.3 Versuchsdurchführung

6g Tabakpulver werden innig mit 20 ml einer Natronlauge von $w = 20\%$ verrieben und nach Ablauf von 15 Minuten mit so viel Gips versetzt, dass ein trockenes Pulver entsteht. Dies wird in einer Schüttelflasche mit einem Gemisch von 50 ml Diethylether und 50 ml Petrolether übergossen und während einer Stunde häufig durchgeschüttelt.

Man filtriert 20 ml ab, versetzt mit 5 ml Schwefelsäure ($c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und titriert die überschüssige Säure mit Natronlauge ($c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zurück unter Verwendung von Jodeosin als Indikator.

8. Auswertung

8.1 Berechnung

1 ml der Schwefelsäure ($c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 0,0162g Nicotin



3.3 Mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie

1. Anwendungsbereich und Zweck

Mit dieser Methode kann Nicotin in Tabakblättern qualitativ bestimmt werden.

2. Kurzbeschreibung

Unter Verwendung von Methanol und Ammoniak – Lösung wird das Nicotin aus gepulverten Tabakblättern extrahiert. Das gefilterte Extrakt wird auf eine Kieselgel – DC – Platte aufgebracht und in eine Fließmittelgesättigte Entwicklungskammer gestellt. Es stehen zwei geeignete Verfahren zur Auswahl:

- a) Fließmittel: Methanol
Laufstrecke: 15cm
Stationäre Phase: DC- Alufolie Kieselgel (20cmx20cm)
Auswertung über tabellierte R_f - Werte aus „Egon Stahl – DC ein Laboratoriumshandbuch“
- b) Fließmittel : 7,0 ml Toluol / 2,0 ml Ethylacetat / 1,0 ml Diethylamin
Mikro – DC, Kammersättigung
Laufstrecke: 6 cm
Stationäre Phase: DC – Alufolie Kieselgel 60 F₂₅₄ „Merck Artikel Nr. 1.05549
Auswertung über Vergleich mit der Referenzsubstanz (reines Nicotin)

Nach ausreichend langer Entwicklungszeit wird die Platte getrocknet und im UV – Licht bei 254 nm ausgewertet.

3. Bezeichnung des Verfahrens

Mit dieser Methode kann eine qualitative Bestimmung von Nicotin aus einem Wasserdampfdestillat erreicht werden. Die Durchführung und die Auswertung stammen aus „Egon Stahl – DC ein Laboratoriumshandbuch“

4. Geräte und Hilfsmittel

4.1 Analysenwaage

4.2 Sieb mit Drahtsiebboden (Sieb 500)

4.3 Mikro DC – Entwicklungskammer (b), bzw. große Entwicklungskammer (a)



4.4 Reagenzglas (b)

4.5 Zentrifugenglas (b)

4.6 Kapillare zu Auftragen

4.7 DC – Alufolie Kieselgel Platten

4.8 UV – Lampe (254 nm)

5. Chemikalien

5.1 Methanol (a)

5.2 Ammoniak – Lösung, w = 25% (b)

5.3 Nicotin als Referenzsubstanz (b)

5.4 Toluol (b)

5.5 Ethylacetat (b)

5.6 Diethylamin (b)

6. Probenahme

Die Probenahme wird nach den für den jeweiligen Untersuchungszweck erforderlichen statistischen Grundsätzen durchgeführt.

7. Durchführung

Es sind mindestens drei unabhängige Bestimmungen unter gleichen Bedingungen durchzuführen

7.1 Vorbereitung der Probe

Es muss darauf geachtet werden, dass ein homogenes Probengemisch vorliegt.

Die entrippten und vorgetrockneten Tabakblätter werden mit Hilfe einer Mühle und eines Siebes zu einem Pulver verarbeitet.



7.2 Fließmittel

a) Methanol

b) In ein trockenes Reagenzglas werden folgende Lösungsmittelmengen einpipettiert und sorgfältig gemischt :

- 7,0 ml Toluol
- 2,0 ml Ethylacetat
- 1,0 ml Diethylamin

7.3 Vergleichslösung

(nur für b)

V1: 20 µl Nicotin werden in 10 ml Methanol gelöst

V2: Aus authentischen Tabakblättern (*Nicotiana tabacum*) hergestellte Vergleichslösung nach Vorschrift 7.4

7.4 Untersuchungslösung

1,0 g gepulverte Tabakprobe (Sieb 500) wird in einem Reagenzglas mit 5 ml Methanol und 4 Tropfen Ammoniak – Lösung $w = 25\%$ versetzt. Nach 5 minütigem Schütteln wird in ein Zentrifugenglas filtriert.

7.5 Auftrageart und – menge

a) Auf die DC - Folie werden dreimal punktförmig je 1-5 µl der Untersuchungslösung aufgetragen.

b) Auf die DC – Folie werden je 1 µl der Untersuchungslösung und der Vergleichslösungen punktförmig aufgetragen.

7.6 Nachweis

Die DC – Folie wird unter dem Abzug durch Fönen getrocknet. Der Lösungsmittelgeruch muss vor der Auswertung verschwunden sein.

Anschließend wertet man die Folie im UV – Licht bei 254 nm aus.



8. Auswertung

a) Diese Methode kommt ohne eine Vergleichssubstanz (reines Nicotin) aus. Zur Auswertung werden tabellierte R_f – Werte für die Nicotinbestimmung (mit den obig beschriebenen mobilen und stationären Phasen) aus Egon Stahls „DC – ein Laboratoriumshandbuch“ herangezogen.

b) Das Chromatogramm der Vergleichslösung 1 zeigt im UV – Licht bei 254 nm den fluoreszenzmindernden Fleck des Nicotins.

Im Chromatogramm der Vergleichslösung 2 ist der Fleck des Nicotins als Hauptalkaloid ebenfalls deutlich sichtbar, es können jedoch auch kleine Nebenalkaloid – Flecke vorhanden sein.

Das Chromatogramm der Untersuchungslösung muss dem Chromatogramm der Vergleichslösung 2 entsprechen.

3.4 Spektralphotometrisches Verfahren

1. Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm legt ein Verfahren zur summarischen Erfassung des Alkaloidgehaltes fest. Das Verfahren ist bei Rohtabak, bearbeitetem Tabak und Tabakerzeugnissen anwendbar, jedoch nicht bei dunklen naturfermentierten Tabaken, die vornehmlich für Zigarren verwendet wird.

2. Kurzbeschreibung

Die gemahlene Tabakprobe wird aus stark alkalischer Lösung einer Wasserdampfdestillation unterworfen. Die Messung der Extinktion wird spektralphotometrisch durchgeführt. Daraus wird dann der Alkaloidgehalt berechnet und als Nikotingehalt in g/100g angegeben.

3. Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der Alkaloide in Tabak nach dieser Norm:

Prüfung DIN 10 241 – A



4. Geräte und Hilfsmittel

- 4.1 Sieb mit Drahtsiebboden mit 0,5 mm Maschenweite nach DIN 4188 Teil 1
- 4.2 Analysenwaage
- 4.3 Mühle, die ein Mahlen des Tabaks ohne Temperaturerhöhung über 40°C gestattet
- 4.4 Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung (z.B. nach DIN 50 011 Teil 1)
- 4.5 Messkolben mit Kegelschliffhülse und Stopfen, Nennvolumen 250 ml (z.B. DIN 12 664 – MS A 250)
- 4.6 Messkolben mit Kegelschliffhülse und Stopfen, Nennvolumen 100 ml (z.B. DIN 12 664 – MS A 100)
- 4.7 Vollpipetten, Nennvolumen 25 ml (z.B. DIN 12690)
- 4.8 Glastrichter, Nenndurchmesser etwa 55 mm
- 4.9 Papierfilter, hohe Filtriergeschwindigkeit
- 4.10 Wasserdampf - Destillationsapparatur
- 4.11 Spektralphotometer, geeignet zum Messen im Wellenlängenbereich von 230 bis 290 nm.
- 4.12 Quarzküvetten, Schichtdicke 1cm

Die Extinktion der Küvetten muss vor und nach jeder Messung gleich sein. Andernfalls ist eine Korrektur erforderlich.

5. Chemikalien

es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden. Das verwendete Wasser muss entweder destilliert oder von entsprechender Reinheit sein.

5.1 Natriumchlorid

5.2 Natronlauge, c: $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 25 / S 26-37/39-45

5.3 Schwefelsäure, c: $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 35 / S 26-30-36/37/39-45

5.4 Schwefelsäure, c: $0,025 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

R 35 / S 26-30-36/37/39-45



6. Probennahme

Die Probennahme wird nach den für den jeweiligen Untersuchungszweck erforderlichen statistischen Grundsätzen durchgeführt.

7. Durchführung

Es sind zwei voneinander unabhängige Bestimmungen unter gleichen Bedingungen durchzuführen.

7.1 Vorbereitung der Probe

Falls erforderlich wird die Laboratoriumsprobe nach einem Zufallssystem in zwei gleiche Untersuchungsproben aufgeteilt. Die Untersuchungsprobe wird bei höchstens 40°C im Wärmeschrank bis zur Mahlbarkeit getrocknet und danach so fein gemahlen, dass das Tabakmehl das Sieb mit 0,5 mm Maschenweite vollständig passiert. Bei der Untersuchung von Zigaretten wird der Tabak vor dem Mahlen von Papier und Filtermaterial befreit. Ein Teil der gemahlten Untersuchungsprobe wird für die Bestimmung des Wassergehaltes verwendet.

7.2 Probenmenge

Es werden je nach erwartetem Alkaloidgehalt, 0,2 bis 2g der gut durchmischten, gemahlten Probe auf +/- 0,001g eingewogen.

7.3 Bestimmung des Wassergehalts

Nach DIN 10 252 (2)

7.4 Wasserdampfdestillation

Die Untersuchungsprobe wird in den Destillationskolben übergeführt und mit 5 bis 25 ml Wasser nachgespült. Es werden 20 bis 40g Natriumchlorid sowie 5 ml Natronlauge hinzugefügt. Anmerkung: Die Menge der Natronlauge ist so zu wählen dass nach der Destillation noch ungelöstes Salz vorhanden ist.

Als Vorlage dient ein 250 ml Messkolben, der mit 10 ml Schwefelsäure nach Abschnitt 5.3 beschickt ist. Es werden 220 bis 250 ml überdestilliert. Anschließend wird der Messkolben auf 20°C abgekühlt und bis zur Strichmarke mit Wasser aufgefüllt. Nach dem Durchmischen wird eine möglicherweise vorhandene Trübung durch Filtration beseitigt.

Die Destillationsgeschwindigkeit sollte 10 bis 12 ml je min betragen. Das Flüssigkeitsvolumen im Destillationskolben darf sich während der Destillation nicht merklich ändern. Es ist eine Zusatzheizung zu verwenden.



7.5 Spektralphotometrische Bestimmung

Ein aliquoter Teil des Klaren Destillats von 25 ml wird in einen Messkolben mit einem Nennvolumen von üblicherweise 100 ml pipettiert und bis zur Strichmarke mit Schwefelsäure (0,025 mol/l) aufgefüllt. Durch Verdünnen von 10 ml Schwefelsäure (1 mol/l) im Messkolben mit Wasser auf 250 ml wird eine Vergleichslösung hergestellt. Diese Vergleichslösung wird in gleicher Weise weiterverdünnt wie das Destillat. Die Extinktion wird bei Wellenlängen von 236, 259, und 282 nm gegen die verdünnte Vergleichslösung gemessen. Falls die Extinktion bei der Wellenlänge 259 den Wert 0,7 übersteigt, ist die Messung mit einer Verdünnung zu wiederholen, bei der das Volumen des aliquoten Teils entsprechend verringert wurde.

8. Auswertung

9. Wiederholbarkeit

Die Wiederholbarkeit r , bestimmt nach DIN ISO 5725, darf 0,05g Nikotin je 100g der Probe nicht überschreiten. Andernfalls ist die gesamte Untersuchung zu wiederholen.

3.5 Flüssig – Flüssig – Verteilung

1. Anwendungsbereich und Zweck

Nicotin kann mit geeigneten Lösungsmitteln durch mehrfaches Ausschütteln dem alkalischen Destillat entzogen und somit isoliert werden.

Die Flüssig – Flüssig – Verteilung wurde von uns angewandt, um eine kleine Menge Nicotin zu isolieren, und um einen qualitativen Nachweis mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie durchzuführen.

2. Kurzbeschreibung

Das Destillat aus der Wasserdampfdestillation wird in einen Scheidetrichter überführt, und nach Zugabe des geeigneten Lösungsmittels (hier : Ethylacetat, bzw. Diethylether) mehrmals ausgeschüttelt. Die Lösungsmittelphasen werden gesammelt, das Lösungsmittel wird durch Verdunstung entfernt.



3. Bezeichnung des Verfahrens

Das Prinzip der Flüssig – Flüssig – Verteilung beruht auf den Grundlagen der Verteilungschromatographie.

4. Geräte und Hilfsmittel

4.1 Scheidetrichter, Nennvolumen 300ml

4.2 Verschließbare Glasgefäße, z.B. Präparatefläschchen, 100 ml Messkolben

4.3 GC - Samplerfläschchen

5. Chemikalien

5.1 Geeignete (organische) Lösungsmittel,

hier : - Ethylacetat
- Diethylether

R 11-36-66-67/ S 16-26-33

R 12-19-22-66-67/ S 9-16-19-33

aber auch: Chloroform, Ethylenchloride ... möglich.

6. Probenahme

Die Probe wurde dem Destillat aus dem Originalrezept nach Gerding (siehe 1.1) entnommen.

7. Durchführung

Da es sich um einen qualitativen Nachweis handelt, und davon ausgegangen wird, dass in Tabakblättern Nicotin enthalten ist, ist eine Einzelbestimmung ausreichend.

Ungefähr 200ml des Destillates werden in einen Scheidetrichter, Nennvolumen 300ml überführt, und mit einer geeigneten Menge (ca. 30ml Lösungsmittel) überschichtet.

Der Scheidetrichter wird verschlossen und mehrfach geschüttelt. Es muss unbedingt darauf geachtet werden, dass der Scheidetrichter immer wieder belüftet wird. Nun werden die Phasen getrennt, die organische Phase wird gesammelt. Dieser Vorgang wird mehrfach wiederholt, die organischen Phasen vereint. Nun engt man die organische Phase ein bis nur noch das reine Nicotin vorhanden ist.



8. Auswertung

Eine Auswertung kann über die Dünnschichtchromatographie, oder über den Brechungsindex erfolgen. Bei beiden Methoden müssen bekannte Referenzen gegeben sein.





4. Auswertung und Ergebnisse, Fehlerabschätzung

Trockenverlust zur Umrechnung auf Tabaktrockenmasse (Mittelwerte)

Virginia :

Einwaage : 5,1051g
Auswaage : 4,4584g
Trockenverlust: 0,6467g ; das entspricht 12,7%

Die Trocknung erfolgte bei 105°C

Orient :

Einwaage : 5,1336g
Auswaage : 4,5142g
Trockenverlust : 0,6212g ; das entspricht 12,1%

Die Trocknung erfolgte bei 105°C

Burley :

Einwaage : 4,9495g
Auswaage : 4,2917g
Trockenverlust : 0,6578g ; das entspricht 13,3%

Die Trocknung erfolgte bei 105°C

American Spirit :

Einwaage : 5,0127g
Auswaage : 4,4613g
Trockenverlust : 0,5514g ; das entspricht 11,1%

Die Trocknung erfolgte bei 105°C



zu 1.2.1

Tabak „Virginia“	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Mittelwert
Einwaage	10,01g	10,00g	10,00g	10,00g
Verbrauch (NaOH, $c \sim 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)	9,15ml	8,86ml	9,83ml	
Nicotingehalt(Trockenmasse)/100g	2,51g	2,43g	2,65g	2,53g

Titer (NaOH) für Probe 1 + 2 : $t = 1,0032$

Titer (NaOH) für Probe 3 : $t = 0,9834$

Rechenbeispiel:

$$\begin{aligned}\text{Nicotingehalt} &= V_{\text{Maßlösung}} \cdot t \cdot 3 \cdot 0,081 \text{g} \cdot \text{ml}^{-1} \\ &= 9,15 \text{ml} \cdot 1,0032 \cdot 3 \cdot 0,081 \text{g} \cdot \text{ml}^{-1} \\ &= 2,23 \text{g} \cdot 100 \text{g feuchter Tabak}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Nicotingehalt in g} \cdot 100 \text{g Tabak (Trockenmasse)} &: 2,23 \text{g} + 12,26\% \text{ Trockenverlust} \\ &= 2,51 \text{g}\end{aligned}$$

Fehlerabschätzung:

Fehler der Messwerte : $\pm 7,5 \%$

Standardabweichung : $s = 0,11$

$$\begin{aligned}\text{Vertrauensbereich} &: \bar{x} \pm (s \cdot t) \cdot (n^{-1/2}) \\ &= 2,53 \text{g} \pm (0,11 \cdot 2,920) \cdot (3^{-1/2}) \\ &= 2,53 \text{g} \pm 0,19 \text{g}\end{aligned}$$



Ergebnis:

Mit der Methode nach B. Pfyl und O. Schmitt konnte ein Nicotiningehalt im „Virginia“ - Tabak von $(2,53 \pm 7,5\%)g \cdot 100g$, bzw. $(2,53 \pm 0,19)g$ ermittelt werden. (Bei 90% Sicherheit)

Tabak „Orient“	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Mittelwert
Einwaage	10,00g	10,00g	10,00g	10,00g
Verbrauch (NaOH, $c \sim 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)	5,22ml	5,15ml	5,26ml	
Nicotiningehalt(Trockenmasse)/100g	1,42g	1,38g	1,43g	1,43g

Titer (NaOH) für Probe 1 + 2 : $t = 0,9834$

Titer (NaOH) für Probe 3 : $t = 1,0346$

Fehlerabschätzung:

Fehler der Messwerte : $\pm 1,40 \%$

Standardabweichung : $s = 0,01g$

Vertrauensbereich : $\bar{x} \pm (s \cdot t) \cdot (n^{-1/2})$
 $= 1,43g \pm (0,01g \cdot 2,920) \cdot (3^{-1/2})$
 $= 1,43g \pm 0,02g$

Ergebnis:

Mit der Methode nach B. Pfyl und O. Schmitt konnte im „Orient“ – Tabak ein Nicotiningehalt von $(1,43 \pm 1,40 \%)g$, bzw. $(1,43 \pm 0,02)g$ ermittelt werden. (Bei 90% Sicherheit).



Tabak „Burley“	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Mittelwert
Einwaage	10,00g	10,00g	10,00g	10,00g
Verbrauch (NaOH, $c \sim 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)	6,95ml	6,74ml	7,12ml	
Nicotingehalt(Trockenmasse)/100g	1,98g	1,98g	1,94g	1,97g

Titer (NaOH) für Probe 1 : $t = 1,0346$

Titer (NaOH) für Probe 2 : $t = 1,0683$

Titer (NaOH) für Probe 3 : $t = 0,9983$

Aus Zeitgründen konnten vom „Orient“ – und „Burley“ – Tabak nur Doppelbestimmungen durchgeführt werden.

Fehlerabschätzung:

Fehler der Messwerte : $\pm 3,6 \%$

Standardabweichung : $s = 0,04\text{g}$

Vertrauensbereich : $\bar{x} \pm (s \cdot t) \cdot (n^{-1/2})$

$$\begin{aligned} &= 1,97 \text{ g} \pm (0,04\text{g} \cdot 2,920) \cdot (3^{-1/2}) \\ &= 1,97 \text{ g} \pm 0,07\text{g} \end{aligned}$$

Ergebnis:

Nach der Methode von B. Pfyl und O. Schmitt konnte beim „Burley“ – Tabak ein Nicotingehalt von $(1,98 \pm 3,5\%)$, bzw. $(1,98 \pm 0,07)\text{g}$ nachgewiesen werden. (Bei 90% Sicherheit)



Tabak „American Spirit“	Probe 1	Probe 2	Mittelwert
Einwaage	10,00g	10,00g	10,00g
Verbrauch (NaOH, $c \sim 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)	5,97ml	5,55ml	
Nicotingehalt(Trockenmasse)/100g	1,69g	1,62g	1,65g

Titer (NaOH) für Probe 1 : $t = 1,0346$

Titer (NaOH) für Probe 2 : $t = 1,0683$

Der Nicotingehalt des „American Spirit“ – Tabaks wurde nur mit dieser Methode bestimmt. Aus Zeitgründen konnte nur eine Doppelbestimmung durchgeführt werden.

Fehlerabschätzung:

Fehler der Messwerte : $\pm 13,3\%$

Standardabweichung : $s = 0,05\text{g}$

Vertrauensbereich : $\bar{x} \pm (s \cdot t) \cdot (n^{-1/2})$
 $= 1,65\text{g} \pm (0,05\text{g} \cdot 6,314) \cdot (2^{-1/2})$
 $= 1,65\text{g} \pm 0,22\text{g}$

Ergebnis:

Mit der Methode von B. Pfyl und O. Schmitt konnte beim „American Spirit“ – Tabak ein Nicotingehalt von $(1,65 \pm 13,3\%)$ g, bzw. $(1,65 \pm 0,22)$ g nachgewiesen werden. (Bei 90% Sicherheit)

Die erhöhte Fehlerquote kann damit erklärt werden, dass es sich bereits um einen verarbeiteten Tabak handelte, und Zusatzstoffe das Ergebnis verfälscht haben können.



Zu 1.2.2

Tabak :“Virginia“	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Mittelwert
Einwaage	6,03g	6,00g	5,99g	6,01g
Verbrauch _(NaOH) ($c \sim 0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	2,38ml	1,92ml	2,54ml	
Nicotingehalt $\cdot 100 \text{g}^{-1}$	3,54g	4,17g	3,18g	3,63g

Titer_(NaOH) für Probe 1 und 2 : 1,0004

Titer_(NaOH) für Probe 3 : 0,9546

Auf eine Auswertung wird bei diesem Nachweis verzichtet.

Die Werte weisen eine große Streuung auf, zudem konnten wir bei unseren Versuchen nicht nachzuvollziehen, wie die einzelnen Reaktionsschritte quantitativ ablaufen sollen.

(Extraktion des Nicotins, Elution mit den angegebenen Lösungsmitteln (quantitativ), keine Reste an Natriumhydroxid ?)

Allerdings konnte diese eigentlich sehr einfache Nachweismethode aus Zeitgründen nicht genauer überprüft werden.

zu 1.2.3

Wir haben die im Rezept unter a) beschriebene Methode für den qualitativen Nachweis mit der Dünnschichtchromatographie angewandt, da wir kein reines Nicotin als Referenzsubstanz erhalten konnten.

R_f -Wert_{Literatur} : „in etwa“ 0,5

R_f -Wert_{Messung} : $\sim 0,45$

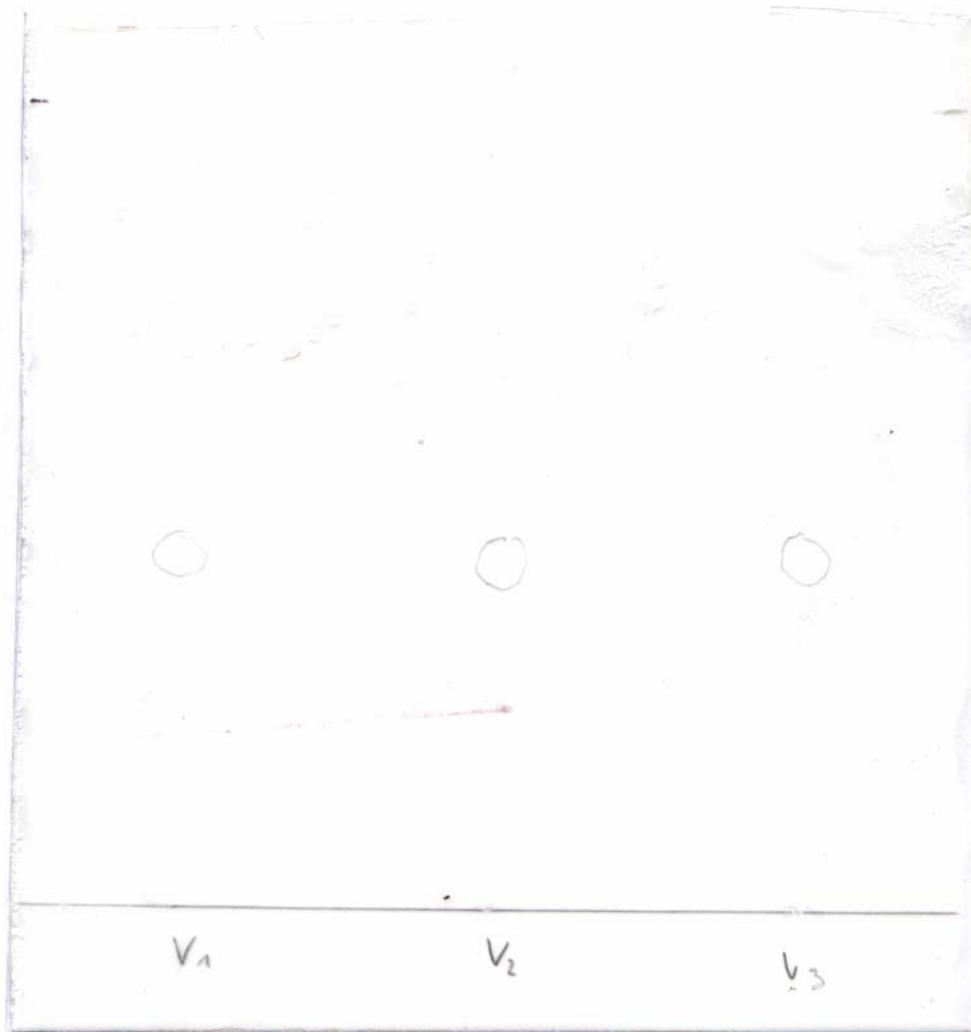


Chromatogramm zum qualitativen Nicotinnachweis :

Stationäre Phase : Kieselgel

Mobile Phase : Methanol

Laufstrecke : 11.7 cm



Ergebnis:

Anhand des Chromatogramms konnte im Vergleich mit den tabellierten R_f -Werten das Hauptalkaloid Nicotin qualitativ bestimmt werden. Der Nachweis über die Fluoreszenzlöschung erfolgte bei einer Wellenlänge von 254 nm.



zu 1.2.4

Tabak :“Virginia“	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Mittelwert
Einwaage	1,02g	1,00g	1,05g	1,02g
Extinktion bei 236nm	0,178	0,179	0,181	0,179
Extinktion bei 259nm	0,978	0,975	0,980	0,978
Extinktion bei 282nm	0,050	0,052	0,051	0,051
Nicotingehalt · 100g ⁻¹	1,00g	1,03g	0,89g	0,97g

Rechenbeispiel:

$$A = 1,059 (A_{259} - A_{236} + A_{282}) \cdot (2)^{-1}$$

$$w_N = (100 \cdot A \cdot V_1 \cdot V_3) / a \cdot V_2 \cdot l \cdot m \cdot (100 - b / 100)$$

Hierin bedeuten:

- a Dekadischer Extinktionskoeffizient für eine Nikotinlösung in Schwefelsäure (0,025 mol · l⁻¹); er beträgt 34,3 ml · mg⁻¹ · cm⁻¹ beim Absorptionsmaximum 259 nm.
- A Korrigierte Extinktion
- b Wassergehalt der gemahlene Probe in g/100g
- l Schichtdicke der Quarzküvetten
- m Einwaage der Untersuchungsprobe in mg
- V₁ Volumen des Destillats in ml
- V₂ Aliquoter Teil des Destillats, der weiterverdünnt wurde, in ml
- V₃ Volumen des Messkolbens, in dem V₂ aufgefüllt wurde, in ml
- w_N Massenanteil Nicotin

$$A = 1,059 (0,978 - 0,178 + 0,050 / 2) = 0,864$$

$$W_{(N)} = 100 \cdot 0,864 \cdot 130 \text{ ml} \cdot 100 / 34,3 \text{ ml} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot 25 \text{ ml} \cdot 1 \text{ cm} \cdot 100 \text{ mg} \cdot (100 - 12,7 \text{ g} / 100) = 1,00 \text{ g} / 100 \text{ g}$$



Fehlerabschätzung:

Mittelwert: 0,97g

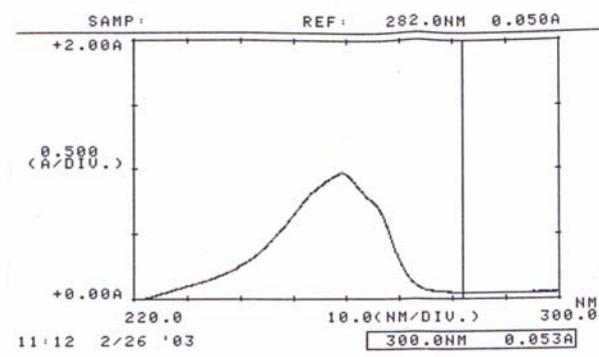
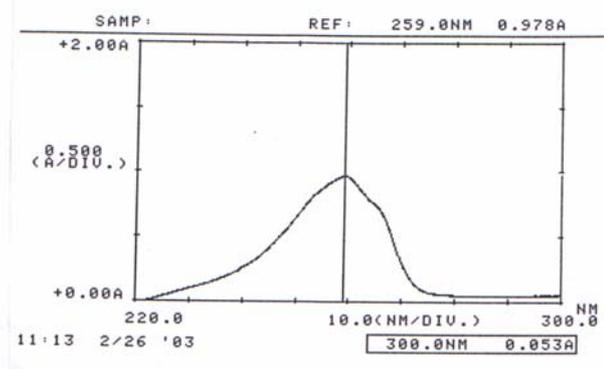
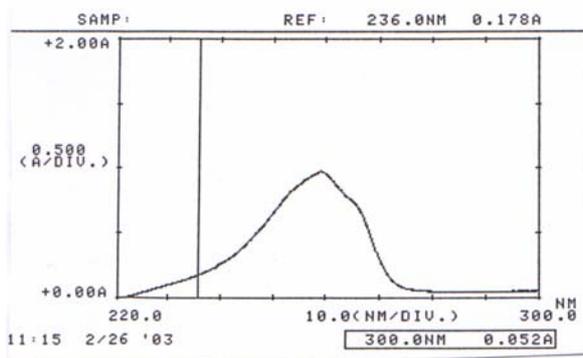
Fehler der Messwerte: 13,4%

Standardabweichung s: 0,08g

Vertrauensbereich: $\bar{x} \pm (s \cdot t) \cdot (3^{-1/2})^{-1}$
 $= 0,97g \pm (0,08g \cdot 2,920) \cdot (3^{-1/2})^{-1}$
 $= 0,97g \pm 0,13g$

Ergebnis:

Mit der photometrischen Bestimmungsmethode nach § 35 LMBG konnte ein Nicotingehalt im „Virginia“ – Tabak von $(0,97 \pm 13,4\%)g / 100g$, bzw. $(0,97 \pm 0,13)g / 100g$ ermittelt werden. Da dieser Wert stark von den Werten der anderen Methoden abweicht, wir aber bei drei unabhängigen Bestimmungen nahezu identische Werte ermittelt haben, gehen wir von einem systematischen Fehler aus, den wir aus Zeitgründen nicht ermitteln konnten.



Spektrum (1) von Nicotin und Markierung der Wellenlängen 236nm, 259nm, und 282nm



zu 1.3

Vergleich der Messwerte der einzelnen Methoden

Methode:	Virginia	Orient	Burley	American Spirit
B. Pfyl/O. Schmitt	2,53g \pm 0,19g	1,43g \pm 0,02g	1,97g \pm 0,07g	1,65g \pm 0,022g
Toth	nicht auswertbar	~~~~	~~~~	~~~~
photometrisch(LMBG)	0,97g \pm 0,13g	~~~~	~~~~	~~~~
Continous Flow Analysis	2,63g \pm 0,10g	1,45g \pm 0,05g	1,99g \pm 0,06g	~~~~

Die Werte beziehen sich alle auf Trockengewicht Tabak.

Ergebnis:

Die Untersuchung auf Nicotin im Tabak nach B. Pfyl und O. Schmitt hat sehr brauchbare Ergebnisse geliefert. Allerdings ist der Aufwand der Probenvorbereitung und der Durchführung immens. Auch die verwendeten Chemikalien (z.B. Pikrinsäurelösung) stellen im Vergleich zu den aktuellen Nachweismethoden eine unnötige Gefährdung dar. Zudem sind viele einzelne Arbeitsschritte erforderlich, was leicht zu Fehlern führen kann.

Dem Vergleich mit der Continous – Flow – Analysis hält diese Methode nur mit den ermittelten Ergebnissen stand.

Bei der Methode nach Toth konnte kein auswertbares Ergebnis ermittelt werden. Wir haben diese Methode zur Nicotinbestimmung durchgeführt, da sie ohne Wasserdampfdestillation auskommt und recht schnell ein Ergebnis liefert. Die Durchführung erscheint simpel, Im Vergleich zu den anderen ermittelten Werten konnten jedoch keine brauchbaren Ergebnisse ermittelt werden. Unseren Ergebnissen nach ist keine quantitative Extraktion und spätere Elution des Nicotins aus der Probe erfolgt.



zu 1.4

Extraktion von Nicotin aus dem Destillat

Nach mehrmaligem Ausschütteln des Destillats (aus dem Originalrezept nach Gerding) in einem Scheidetrichter mit Diethylether und anschließendem Einengen konnten wir eine kleine Menge Nicotin isolieren:

Der Brechungsindex der extrahierten Flüssigkeit war ähnlich dem Literaturwert von Nicotin. Die Anfangs klare Flüssigkeit, die einen beißenden Tabakgeruch aufweist, hat sich bald in eine braune Lösung umgewandelt, die auch an Viskosität zugenommen hat. Somit gehen wir davon aus, dass wir Nicotin aus dem Destillat über Flüssig – Flüssig – Verteilung isolieren konnten.

zu 1.5

Variation der Versuchsbedingungen

Da die Wasserdampfdestillation mit Tabak eines alkalischen Mediums bedarf, haben wir, gemäß den vorliegenden Rezepten verschiedene Chemikalien ausprobiert:

- es hatte keine Auswirkung auf die Messwerte, ob mit Magnesiumoxid, Calciumoxid oder Natronlauge ein pH – Wert von ca. 10 eingestellt wurde.

Ob eine entscheidende Veränderung in den Messergebnissen durch Zugabe von Schwefelsäure zu den Tabakblättern vor der Destillation, oder alternativ der Zugabe von Natriumchlorid bei der Destillation eingetreten ist, konnte nicht eingehend geprüft werden.



5. Zusammenfassung

Die Grundaufgabenstellung dieser Projektarbeit war die qualitative und quantitative Bestimmung von Nicotin aus Tabakblättern. Das Ausgangsrezept stammte aus Gerding : „Volks-Chemie für Hausfrauen und Gewerbsleute“ (1860). Es sollte eine Nicotinbestimmung nach „alten“ , und „aktuellen“ Methoden durchgeführt werden. Die Methoden waren Wasserdampfdestillation, Dünnschichtchromatographie, Photometrie und Flüssig – Flüssig – Extraktion.

Da wir kein reines Nicotin als Referenzsubstanz für die Photometrie und Dünnschichtchromatographie einsetzen konnten/wollten haben wir alternative, quantitative Nachweismethoden gefunden

Während der Arbeit, vor allem nach der großzügigen Bereitstellung von Tabakproben durch Dr. Marc Scharfe, Manager des Labors bei der HEINTZ VAN LANDEWYCK S.A.R.L./Luxembourg haben wir die Aufgabenstellung noch erweitert, und konnten nun die Methoden nach B. Pfyf/O. Schmitt, nach Toth und die photometrische Bestimmung nach § 35 LMBG mit der Continuous Flow Analysis, welche im Unternehmen HEINTZ VAN LANDEWYCK S.A.R.L./Luxembourg zur Routineüberprüfung des Nicotiningehaltes in den Tabaksorten „Virginia“, „ Burley“ und „Orient“ eingesetzt wird, vergleichen.

Als Ergebnis kann man festhalten, dass Nicotin aufgrund seiner Wasserdampflichkeit mit der Methode ,welche in Gerding beschrieben ist, aus den Blättern überdestilliert werden kann.

Im Vergleich mit der Continuous Flow Analysis hat die Methode nach B. Pfyf und O. Schmitt die brauchbarsten Ergebnisse geliefert. Die Methode nach Toth haben wir ausgesucht, da sie ohne großen apparativen Aufwand auskommt, allerdings waren die von uns ermittelten Werte nicht reproduzierbar. Bei der photometrischen Bestimmung nach §35 LMBG stellten wir eine große Abweichung zu den sonst ermittelten Werten fest. Da wir diese Methode mehrmals durchgeführt haben und immer zum selben Ergebnis gekommen sind, gehen wir von einem systematischen Fehler aus.

Mit der Dünnschichtchromatographie konnten wir auch ohne Referenzsubstanz qualitativ Nicotin in Tabakblättern nachweisen.

Durch Extraktion mit Diethylether konnte aus dem Destillat der Wasserdampfdestillation nahezu reines Nicotin isoliert werden.



5. Summary

The basic task of our project was the quantitative and qualitative analysis of nicotine in tobacco leaves. We compared ancient with modern methods, including steam distillation, thin layer chromatography, photometric analyses and liquid-liquid extraction.

Since we had no pure nicotine as a reference available we decided to find alternative quantitative methods. In the course of our project and with the help of Dr. Marc Scharfe from the “HEINTZ VAN LANDEWYCK” company we were able to compare the methods after B. Pfyl / O. Schmitt, Toth and the photometric analysis by §35 LMBG with the standard results of continuous flow measurements taken in Luxembourg.

As a result we found out that nicotine can be successfully distilled according to the method described by Gerding. Comparing our results with the Luxembourg measurements it becomes obvious that the best available ancient method was the one after B. Pfyl / O. Schmitt. The Toth procedure turned out to be rather easy concerning apparatus required; nevertheless the results proved to be non-repetitive. The photometric analysis lead to a grossly deviating result; repeated measurements yielded comparable but wrong values so that we consider this method to contain (a) systematic fault(s).

Thin layer chromatography allowed the positive qualitative test for nicotine.

Through steam distillation we finally managed to isolate pure nicotine from tobacco leaves.



6. Schlusswort / Anlagen / Quellennachweis

Schlusswort:

Zuallererst wollen wir uns bei Prof. Dr. G. Schwedt für die tolle Betreuung unserer Projektarbeit bedanken. Die einzelnen Treffen waren immer ein beeindruckendes Ereignis.

Obwohl es anfänglich Probleme in der Umsetzung gab, bereitete uns die Bearbeitung der Aufgabenstellung und die Nachforschung nach alternativen Lösungsmöglichkeiten immer mehr Vergnügen, so dass wir es sogar sehr bedauerten, nicht noch mehr Zeit für weitere „Forschungen“ zur Verfügung zu haben.

Einen besonderen Dank wollen wir an Herrn Prof. Greiner für seine Unterstützung, und an Herrn Ruf für Rat und Tat zur rechten Zeit richten.

Ganz besonders wollen wir uns hiermit bei Herrn Dr. Marc Scharfe vom HVL – Labor in Luxembourg für seine großzügige ideologische sowie materielle Unterstützung bedanken, ohne die diese Projektarbeit in dieser Form nicht existieren würde.

Anlagen:

- Korrespondenz mit Herrn Dr. Marc Scharfe vom HvL – Labor/Luxembourg
- Beschreibungen zur Durchführung der Continuous Flow Analysis
- Beschreibung des internationalen Ringversuches zum Vergleich von fünf verschiedenen Bestimmungsmethoden für den Nicotiningehalt im Tabak (Kapillar – GC mit MTBE – Extraktion/n – Hexan – Extraktion mit Kapillar – GC/n – Hexan-Extraktion mit gepackter Säulen – GC/ Methanol-Ammoniak – Extraktion mit Kapillar – GC, sowie Wasser – Extraktion mit Continuous Flow Analysis)



Quellennachweis

Literatur

- A. Beythien; Laboratoriumshandbuch für den Lebensmittelchemiker; 5. Auflage; Arbeitsgemeinschaft Medizinische Verlage GmbH; Verlag Theodor Steinkopff, Dresden/Leipzig; 1947; Kapitel XXXIII Tabak; S. 494-500
- Prof. Dr. Fritz Uhlmann; Uhlmann- Enzyklopädie der technischen Chemie; 2. Auflage; Verlag Urban/Schwöender, Berlin/Wien; 1940; S. 754-755
- Egon Stahl; Dünnschichtchromatographie – ein Laboratoriumshandbuch; Springer Verlag, Berlin/Göttingen/Weinheim; 1962; S. 336
- Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG; Untersuchung von Tabakerzeugnissen, Spektralphotometrisches Verfahren nach DIN 10241; 11/1982; Methode T 60.00 – 2 ; S. 1-3
- Prof. em. Dr. W. Walter / Prof. Dr. h.c. W. Francke; Beyer/Walter – Lehrbuch der organischen Chemie; 23. überarbeitete und aktualisierte Auflage; S. Hirzel Verlag Stuttgart/Leipzig; 1998; Kapitel 7.12.1; S. 860-862/Kapitel 5.5.5.2; S. 535-536
- Merck eurolab; Laborkatalog; Erscheinungsdatum 04/2001
- Riedel deHaen; Laborchemikalien und analytische Reagenzien; 1999/2000
- Merck; DC-Atlas; 2. Lieferung; 1992; S. 257

Internet

- www.infodrom.north.de/~muh/Dokumente/Psychologie.html ; Drogenwirkung von Nikotin; 26/07/2002; S. 1-7
- <http://harko.pseudonym.org/niko/nikobot.htm> ; Nicotin botanisch betrachtet; 25/07/2002; S. 1-2
- www.duesselmed.de/aktiv/lexikon/nikotin.html ; Nikotin; 1998; 26/07/2002
- <file:///A:\studie.html> ; Studie über Alkohol und Nikotin; 03/09/02; S. 1-3
- <file:///A:\seite11.html> ; Nikotin; 03/09/02; S. 1-2
- <file:///A:\toxiko.html> ; Gifte im Tabakrauch/Giftstoffe; 03/09/02; S. 1-7
- <http://www.rauchen.de/gifte/nikotin.htm> ; Gifte im Tabakrauch/Nikotin; 25/07/2002; S. 1-8
- www.drogeninfo.de/files/alkaloide.html ; Alkaloide FAQ; Reinhard Prechtl, 07/96; 10/12/2002; S. 8-10

Anmerkung:

Im Internet gibt es eine gigantische Anzahl von Beiträgen über Nicotin. Durch eine Vielzahl davon haben wir uns durchgearbeitet und hier nur eine repräsentative Auswahl der durchgesehenen Materialien angegeben. Diese Beiträge waren jedoch für die Informationsbeschaffung ausreichend.



Erklärung:

Diese Projektarbeit wurde selbstständig von uns bearbeitet und durchgeführt.
Zur Verfügung standen uns nur die in der Projektarbeit angegebenen Chemikalien und Hilfsmittel.

Aufgabenverteilung:

Internetrecherche :	Martin Trautner
Alternative Analysenmethoden:	Martin Trautner
Korrespondenz mit Dr. M. Scharfe (HEINTZ VAN LANDEWYCK S.A.R.L)	Martin Trautner

Praktische Durchführung:

Methode nach B. Pfyf/O. Schmitt:	Martin Trautner/Melani Djurdjevac
Methode nach Toth :	Martin Trautner/Melani Djurdjevac
Photometrische Bestimmung:	Martin Trautner/Melani Djurdjevac
Dünnschichtchromatographie:	Martin Trautner
Flüssig-Flüssig –Verteilung:	Martin Trautner
Auswertung der Ergebnisse:	Martin Trautner/Melani Djurdjevac
Verfassung der Projektarbeit:	Martin Trautner/Melani Djurdjevac

Anlagen (5)

