

	Tabak und Tabakerzeugnisse Bestimmung der Nikotinreinheit Gravimetrisches Verfahren mit Kieselwolframsäure (ISO 13276:1997)	DIN ISO 13276
ICS 65.160 Tobacco and tobacco products — Determination of nicotine purity — Gravimetric method using tungstosilicic acid (ISO 13276:1997) Tabac et produits du tabac — Détermination de la pureté de la nicotine — Méthode gravimétrique à l'acide tungstosilicique (ISO 13276:1997) Die Internationale Norm ISO 13276:1997 „Tobacco and tobacco products — Determination of nicotine purity — Gravimetric method using tungstosilicic acid“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden. Nationales Vorwort Die Internationale Norm ISO 13276:1997 wurde vom ISO/TC 126 „Tabak und Tabakerzeugnisse“ (Sekretariat: Deutschland) ausgearbeitet. Der Arbeitsausschuss „Tabak- und Tabakrauchanalyse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN beschloss die Übernahme ins Deutsche Normenwerk. Fortsetzung Seite 2 bis 7 Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.		
 Documents Document Sharing Hub		

Deutsche Überetzung

Tabak und Tabakerzeugnisse
Bestimmung der Nikotinreinheit
Gravimetrisches Verfahren mit Kieselwolframsäure

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren für die gravimetrische Bestimmung der Nikotinreinheit unter Verwendung von Kieselwolframsäure fest.

Das Verfahren ist anwendbar für reines Nikotin oder Nikotinsalze, die bei analytischen Verfahren zur Nikotin-Bestimmung in den Bereichen Tabak, Tabakerzeugnisse und Rauchanalysen als Kalibrier-substanzen verwendet werden.

2 Kurzbeschreibung

Das Verfahren beruht auf der Komplexbildung des Nikotins oder seiner Salze mit Kieselwolframsäure zu unlöslichen Nikotinsilicowolframat. Die Bestimmung der Masse des Niederschlages erfolgt durch Filtration entweder mit einem Glasfildertiegel in Verbindung mit Trocknen im Ofen oder mit einem aschefreien Filterpapier in Verbindung mit Veraschung.

3 Reagenzien

Es sind analysenreine Chemikalien und destilliertes Wasser oder Wasser von mindestens äquivalenter Reinheit zu verwenden.

3.1 Kieselwolframsäurelösung

Es werden 12 g Dodeca-Kieselwolframsäure ($\text{SiO}_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O}$) in 100 ml Wasser gelöst.

ANMERKUNG Die Verwendung anderer Kieselwolframsäuren, wie $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 10\text{WO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ oder $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 20\text{H}_2\text{O}$, muss vermieden werden, da sie mit Nikotin keine kristallinen Niederschläge ergeben.

3.2 Salzsäurelösung, HCl, 20 % (V/V)

Es werden 20 ml Salzsäure, $\rho_{20}(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$, mit Wasser auf 100 ml verdünnt.

3.3 Salzsäurelösung, HCl, 0,1 % (V/V)

Es werden 5 ml Salzsäurelösung (3.2) mit Wasser auf 1 l verdünnt.

3.4 Nikotinlösung, $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2) = 0,1 \text{ mg/ml}$

2,5 mg Nikotin ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2$) werden in Wasser unter Verwendung eines Messkolbens (4.1) gelöst und auf 25 ml mit Wasser verdünnt.

4 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden:

4.1 Messkolben, 25 ml im Volumen.

4.2 Bechergläser, 250 ml im Volumen.

4.3 Uhrglasschalen.

4.4 Glasrührstäbe.

4.5 Exsikkator, mit einem wirkungsvollen Trockenmittel.

4.6 Geräte für das Filtrationsverfahren mit Glasfiltertiegeln.

4.6.1 Glasfiltertiegel (Gooch-Typ), mit der Porosität 2 (40 µm bis 100 µm).

4.6.2 Saugflasche (Büchnerkolben).

4.6.3 Vakuumquelle.

4.6.4 Trockenschrank, einstellbar auf eine Temperatur von $(120 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

4.7 Geräte für das Filtrationsverfahren mit Filterpapier.

4.7.1 Aschefreies Filterpapier¹⁾.

4.7.2 Porzellan- oder Platintiegel.

4.7.3 Gas- oder elektrischer Bunsenbrenner, geeignet, um Temperaturen von über 600 °C zu erzeugen.

4.7.4 Ofen, einstellbar auf Temperaturen von über 600 °C (optional).

4.8 Analysenwaage, ablesbar auf 0,1 mg.

5 Durchführung

5.1 Durchführung der Fällung

Es werden etwa 0,1 g Nikotinalkaloid (oder die äquivalente Menge eines Nikotinsalzes) (*m*) auf 0,000 1 g in jedes der fünf mit Glasrührstab (4.4) ausgestatteten 250-ml-Bechergläser (4.2) eingewogen.

Jedem Becherglas werden 100 ml Wasser zugegeben. Es folgt die Zugabe von 2 ml der 20%igen Salzsäure (3.2) in jedes Becherglas und anschließendes Rühren. Der Rührstab darf nicht entfernt werden.

1) Das aschefreie Filterpapier Whatman Nr. 42 ist ein Beispiel für ein im Handel erhältliches geeignetes Produkt. Diese praktische Information für den Anwender dieser Internationalen Norm stellt keine Bestätigung dieses Produktes durch ISO dar.