

*Zusammenfassung*

Es wird über den Ausbau des toxikologisch-chemischen Laboratoriums am Gerichtlich-medizinischen Institut der Universität Zürich berichtet. Der Einsatz moderner instrumental-analytischer Verfahren ist anhand von Beispielen aus der Gaschromatographie (Bestimmung von Schlafmitteln und Pestiziden mit der „Dual Channel“ Anordnung), der Infrarot-Spektrophotometrie (Identifikation von Barbituraten) und der atomaren Absorptions-Analyse (Erfassung von Spuren-Metallen) illustriert.

*Summary*

A report is made on the instrumentation in the Laboratory for Chemical Toxicology at the Institute of Legal Medicine of Zurich University. The application of modern analytical methods is illustrated by means of examples taken from gas chromatography (determination of soporifics and pesticides using a dual channel system), infrared spectrophotometry (identification of barbiturates) and atomic absorption analysis (determination of trace metals).

*Literatur*

- <sup>1</sup> LOVELOCK, J. F.: *Analyt. Chem.* **35**, 474 (1963). — OAKS, D. M., H. HARTMANN, and K. P. DIMICK: *Analyt. Chem.* **36**, 1560 (1964).  
<sup>2</sup> Unveröffentlichte Versuche mit S. MÜLLER.  
<sup>3</sup> BRANDENBERGER, H.: *Chimia* **17**, 252 (1963).  
<sup>4</sup> Wir danken der Firma F. Hoffmann-La Roche für die Unterstützung dieses Teiles der Arbeit.

DR. HANS BRANDENBERGER  
Gerichtlich-medizinisches Institut der Universität  
Zürich, Zürichbergstr. 8

**A. FUCHS (Zürich): Nachweis von Schwermetallen durch Isotopentitration.**

Angeregt durch eine Arbeit von E. SCHUMACHER<sup>1</sup> haben wir eine Mikromethode zur quantitativen Bestimmung von Nanogrammengen von Blei, Quecksilber und anderen Schwermetallen entwickelt, deren Vorteil in einer hohen Empfindlichkeit und Präzision liegt. Es handelt sich um eine komplexometrische Bestimmung mit Kobalt-60 als nicht-isotopem radioaktivem Indicator.

Das Prinzip ist folgendes: Wenn in einer Lösung mehrere Elemente vorliegen, die in der Lage sind, mit einem Komplexbildner zu reagieren, so werden bei einem Unterschuss des letzteren vorwiegend jene Elemente reagieren, die die beständigsten Komplexverbindungen eingehen. So bildet z. B. Äthylendiamintetraessigsäure (EDTA) mit Blei einen ca. 54mal stabileren Komplex als mit Kobalt. Bei der Zugabe von EDTA

zu einer Lösung, die Bleiionen und Kobaltionen enthält, wird zunächst nur Blei mit dem EDTA reagieren, und erst wenn praktisch sämtliches Blei komplex gebunden ist, bildet sich der Kobalt-EDTA-Komplex. Durch die Verwendung von markiertem Kobalt und durch elektrophoretische Abtrennung des negativ geladenen EDTA-Komplexes vom positiv geladenen freien Kobaltion läßt sich die Bildung des Kobalt-EDTA-Komplexes verfolgen. Das bedeutet, daß Radio-Kobalt als Indikator bei der Bleibestimmung verwendet werden kann.

Die Technik sei hier nur kurz beschrieben<sup>2</sup>. Etwa 0,1 ml wässrige Lösung, enthaltend das zu bestimmende Metall, eine bekannte Menge EDTA und eine bekannte Menge Kobalt, mit Kobalt-60 markiert, wird in die Mitte eines Filterpapierstreifens von  $80 \times 12$  mm aufgetragen, der von einem Teflonbügel gehalten wird. Die Enden des Streifens werden mit einer neutralen Salzlösung benetzt, deren Leitfähigkeit größer ist als die der Analysenlösung, z. B. 1 M  $\text{NaNO}_3$ . Dann wird eine Spannung von ca. 1800 V angelegt. Zur Kühlung taucht der ganze Streifen in ein Tetrachlorkohlenstoff-Kühlbad. Innert 3 min ist eine scharfe Trennung von Kobalt und Kobalt-EDTA-Komplex erreicht. Nach der Elektrophorese wird der Streifen getrocknet, zerschnitten und die Zählrate der Abschnitte im Scintillationszähler gemessen. Aus dem Quotienten der Zählrate von Komplex und von freiem Kobalt läßt sich mit der bekannten eingesetzten EDTA- und Kobaltmenge die vorhandene Schwermetallmenge ausrechnen. Eine Bestimmung von einigen Nanogrammen Blei ist auf diese Weise mit einer Standardabweichung von unter einem Nanogramm möglich.

Da die Methode alle Metalle erfaßt, deren Komplexbildungskonstante gegenüber EDTA größer ist als  $10^{16,3}$ , derjenigen von Kobalt, muß der eigentlichen Bestimmung eine Abtrennung des zu analysierenden Metalls vorangehen. Dabei ist durch die Verwendung möglichst geringer Mengen reiner Reagentien die Beeinflussung des Resultates durch Einschleppen des zu bestimmenden Metalls zu vermeiden. Zur Verhinderung von Adsorptionsverlusten an den Gefäßwänden empfiehlt sich die Verwendung von Teflon- und Polyäthylengeräten.

Die gleiche experimentelle Technik läßt sich natürlich auch zur Ausführung von Isotopenverdünnungsanalysen im Sinne der substöchiometrischen Bestimmung von J. RUZICKA und J. STARY<sup>3</sup> verwenden, indem isotope Indikatoren benützt werden. Wir haben so Kobalt in Mengen von unter einem Nanogramm bestimmt. Die hohe Empfindlichkeit hängt mit der hohen Komplexbildungskonstanten der Komplexonate und dem kleinen Lösungsvolumen, das zur Elektrophorese nötig ist, zusammen. Anhand der Komplexbildungskonstanten läßt sich annehmen, daß auf diese Weise auch die uns in toxikologischer Hinsicht interessierenden Schwermetalle Thallium, Blei und Quecksilber bestimmbar sind.

Die Verwendung eines nichtisotopen Indicators hat gegenüber der Isotopenverdünnungsanalyse den Nachteil, daß die Aufarbeitung quantitativ sein muß. Vorteilhaft ist, daß mit einem Radioisotop mehrere Elemente bestimmt werden können, mit Kobalt-60 z. B. Pb, Hg, Cu, Ni, Fe, Bi, In, Y, Seltene Erden und wahrscheinlich auch Tl. Darunter befinden sich Elemente, die selber kein Isotop aufweisen, das hinsichtlich Halbwertszeit und spezifischer Aktivität zur Isotopenverdünnungsanalyse geeignet ist.

Die vorgeschlagene Methode unterscheidet sich bezüglich der Empfindlichkeit vorteilhaft von polarographischen und spektrophotometrischen Methoden. Für einige der aufgezählten Elemente dürfte sie auch empfindlicher sein als die Neutronenaktivierungsanalyse.

Diese Arbeit wurde durch die Stiftung für wissenschaftliche Forschung der Universität Zürich unterstützt. Für Anregungen und Hilfe ist der Autor Herrn Prof. Dr. E. SCHUMACHER sowie Herrn Dr. H. BRANDENBERGER, unter dessen Leitung die Arbeit ausgeführt wurde, zu Dank verpflichtet.

#### *Summary*

A complexometric method for the determination of ng-amounts of Pb, Hg and other metals by using kobalt-60 as indicator is described.

#### *Literatur*

<sup>1</sup> SCHUMACHER, E., u. H. J. STREIFF: Über fokussierenden Ionenaustausch VII. Helv. 41, 1771 (1958).

<sup>2</sup> Eine eingehendere Beschreibung wird in einer chemischen Fachzeitschrift erfolgen.

<sup>3</sup> RUZICKA, J., and J. STARY: Isotopic dilution analysis by solvent extraction. Talanta 8, 228 (1961).

Dr. A. FUCHS  
Gerichtlich-medizinisches Institut der Universität  
Zürich, Zürichbergstraße 8

#### **E. VIDIC (Berlin): Fortschritte beim toxikologischen Nachweis von basischen Stoffen.**

Bei stark verunreinigten, insbesondere aus dem Magen-Darmkanal oder aus faulen Leichenteilen gewonnenen basischen Extrakt rückständen sind zum Nachweis von Gift- und Arzneistoffen mehrmalige Wiederholungen von Isolierungsverfahren notwendig, die Substanzverluste bedingen. Mit Hilfe der Adsorptionschromatographie, auf Säulen durchgeführte Versuche zur Entfernung der Verunreinigungen stießen wegen der sehr unterschiedlichen Affinitäten der Basen zu den Sorbentien auf erhebliche Schwierigkeiten. Die Gefahr unkontrollierbarer Substanzverluste ist außerdem für die ganze Stoffgruppe wegen der sehr ungleichen Desorbitionsbedingungen nicht auszuschließen.