

## Einfache Volumenermittlung von Dosiermikropipetten

Als Probengeber für Flüssigkeiten werden bei vielen Gaschromatographen Mikropipetten benutzt (z.B. magnetisch gesteuerte Mikropipetten des Pye Argon-Chromatographen). Solche einfache Probeneinführung hat viele Vorteile. Man kann sehr geringe Mengen (bis zu 20  $\mu\text{g}$ ) Substanz bis auf die Oberfläche der Säulenfüllung dosieren, was die Leistungsfähigkeit der gaschromatographischen Methode bei analytischer Anwendung günstig erhöht. Sowohl die Menge der eingeführten Substanz, als auch die Art der Probeneinführung kann dabei mit genügender Genauigkeit reproduzierbar gehalten werden, was wieder die quantitative Auswertung der Chromatogramme günstig beeinflusst.

Die Glaspipetten können einfach im Labor angefertigt werden. Es sind offene, annähernd 10 mm lange Glaskapillaren von variablem inneren Durchmesser zwischen 0.05 und 0.12 mm, Aussendurchmesser um 0.5 mm.

Eine Volumenermittlung solcher Mikropipetten in üblichem Labor ist mit gewissen Schwierigkeiten verbunden. Die auf gewöhnliche Weise durchgeführte Quecksilberkalibrierung ist mühevoll und beansprucht eine Präzisionsmikrowaage, weil das Gesamtvolumen solcher Mikropipetten 0.02–0.10  $\mu\text{l}$  beträgt. Eine gaschromatographische Vergleichsmethode der Volumenermittlung setzt schon eine geeichte Kalibrierungsmikropipette voraus.

Auf einfache Weise kann man das Volumen solcher Glasmikropipetten spektrofotometrisch feststellen. Prinzipiell wird dabei die hohe molare Extinktion einiger organischer, flüssiger Substanzen ausgenützt.

Wir haben zu diesem Zweck rektifiziertes Pseudojonon ( $\epsilon = 21.800$ )<sup>1</sup> verwendet. Es ist aber klar, dass jede Substanz von genügend hoher molarer Extinktion benutzt werden kann.

### *Praktische Ausführung der Volumenermittlung*

Durch Kapillarwirkungen wird Pseudojonon von sich selbst in die Mikropipette, welche in einen weichen Gummistöpsel am Ende eines Glasröhrchens eingesteckt ist, eingefüllt (Fig. 1). Das Äussere der Pipette wird sorgfältig gesäubert und danach auf ein Glasstäbchen, das in einen Messkolben von 10 ml Inhalt getaucht ist, durch ausblasen entleert. Auf gleiche Art und Weise wird dann die Mikropipette dreimal mit Äthylalkohol durchgespült und durch Abspülen des Glasstäbchens mit Äthanol der Messkolben bis zur Marke gefüllt.

Bei Mikropipetten von etwa 0.1  $\mu\text{l}$  Inhalt wird die Extinktion in einer Schichtdicke von 0.5 cm und bei der Wellenlänge von 291 nm<sup>1</sup> gemessen\*. Im Falle eines kleineren Volumens der Mikropipette wird eine grössere Schichtdicke gewählt. Den Leerwert stellt dabei die Extinktion der gleichen Schicht von Äthanol dar. Ebenso wird die Extinktion einer Äthanolösung von Pseudojonon bekannter Konzentration (etwa 0.5 mg/100 ml) bestimmt.

Die Berechnung des Pipettenvolumens ergibt sich aus der leicht ableitbaren Beziehung:

$$V = \frac{E_P \cdot c_V \cdot d_V \cdot V'}{100 \cdot \rho \cdot E_V \cdot d_P} \text{ (ml)}$$

\* Alle Messungen durchgeführt mit dem Universal Spektrofotometer VSU 1 (Zeiss, Jena).

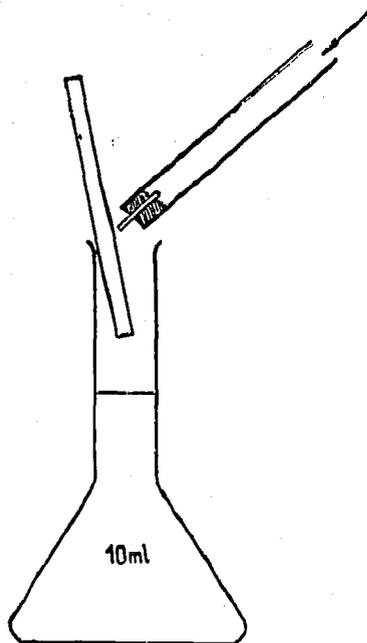


Fig. 1.

in der

- $V$  = Volumen der Mikropipette in ml,
- $E_P$  = Extinktion der Probelösung,
- $c_V$  = Konzentration der Vergleichslösung in g/100 ml,
- $d_V$  = Schichtdicke der Vergleichslösung in cm,
- $V'$  = Volumen des Messkolbens in ml,
- $\rho$  = spezifisches Gewicht der Testsubstanz,
- $E_V$  = Extinktion der Vergleichslösung,
- $d_P$  = Schichtdicke der Probelösung in cm.

Bei acht durchgeführten Volumenermittlungen einer ca.  $0.10 \mu\text{l}$  Mikropipette wurden folgende Messwerte ermittelt:

0.109    0.108    0.110    0.111    0.112    0.110    0.111    0.113

was den Ist-Wert von  $0.1105 \pm 0.0016 \mu\text{l}$  darstellt.

Es ist ersichtlich, dass diese Methode ausreichend genaue Volumenermittlung ermöglicht.

Bei verhältnismässig kurzem Zeitaufwand ermöglicht sie auch eine höhere Anzahl der Mikropipetten im Vergleich mit derselben Standardlösung zu kalibrieren.

*Farmakon, n.p., Abteilung der Technischen Kontrolle,  
Olomouc (Tschechoslowakei)*

RUDOLF ZÁVODNÝ  
JAN SULOVSÝ

I G. W. H. CHESMAN, I. HEILBRON UND R. R. H. JONES, *J. Chem. Soc.*, (1946) 1516.

Eingegangen den 21. August 1964