

Notes

Ein Probeneinlass zur direkten gaschromatographischen Bestimmung von leicht-flüchtigen Bestandteilen im Vollblut

Die Technik der direkten Eingabe von Vollblut in den Gaschromatographen wird vor allem zur Bestimmung von Äthanol-Konzentrationen herangezogen. Dabei treten die folgenden beiden Hauptschwierigkeiten immer wieder auf:

(1) Die Abtrennung und das Auffangen der schwerflüchtigen, nicht chromatographierbaren Anteile des Blutes.

(2) Die Eingabe des relativ viskösen Blutes in den Gaschromatographen, wobei die Kanüle der Dosierspritze infolge der Erhitzung gerne verstopft und ausserdem das gleichzeitige Nachverdampfen leichtflüchtiger Anteile aus der Kanüle einen zusätzlichen Dosierfehler mit sich bringen kann.

Da die z.Z. im Handel erhältlichen Einlasssysteme unseren Anforderungen nicht vollauf genügten, konstruierten wir einen Verdampferblock mit wassergekühltem Einlass, der die erwähnten Schwierigkeiten weitgehend zu beheben vermag. Er hat sich in der praktischen Erprobung bereits befriedigend bewährt, weshalb das Prinzip der Konstruktion kurz beschrieben werden soll.

Zur Abtrennung schwerflüchtiger Substanzen wurden bis jetzt spezielle Vorkolonnen¹, eingeschraubte Siebeinsätze² oder auch die direkte Eingabe des Blutes auf die Trennsäule³ empfohlen. Die dadurch hervorgerufenen Verschmutzungen bedingen ein häufiges Reinigen oder Auswechseln der betreffenden Apparateile, da sonst störende Veränderungen der Chromatographiebedingungen — wie verstärktes Tailing oder herabgesetzter Gasfluss infolge partieller Verstopfung — in Kauf genommen werden müssen. Das Auswechseln der Siebelemente sollte daher mit wenig Handgriffen in sehr kurzer Zeit möglich sein. Aus diesen Gründen konstruierten wir einen Siebeinsatz zum Auffangen schwerflüchtiger Bestandteile, der durch Betätigung eines einzigen Bajonettverschlusses entfernt und ersetzt werden kann.

Beim Eingeben von flüssigen Proben in einen Gaschromatographen gelangt die Kanüle der Dosierspritze in der Regel in die beheizte Zone des Verdampferbauteiles. Dabei kann — ausser der effektiv eingespritzten Probemenge — auch noch ein Teil des in der Kanüle enthaltenen Materials mitverdampfen und so zum Dosierfehler beitragen. Im Falle des Blutes ist ausserdem mit einem Verkleben der Kanüle zu rechnen, was die Wiederverwendung der Spritze in Frage stellen oder mindestens langwierige Reinigungsarbeiten zur Folge haben kann.

Wir umgingen diese Schwierigkeiten durch Kühlung der Kanüle mit Wasser (vgl. Fig. 1). Durch Wahl einer geeigneten Kanülenlänge kann zudem erreicht werden, dass nur die vorderste Spitze — *ca.* 0.5 bis 1 mm — in die erwärmte Zone gelangt. Durch diese beiden Vorkehrungen lässt sich ein Verkleben nach unseren Erfahrungen vollständig vermeiden. Damit erreichten wir gleichzeitig eine wesentlich bessere Reproduzierbarkeit der Eingabemengen als bei beheizter Kanüle⁴.

In Fig. 1 ist der Aufbau des nun routinemässig verwendeten Probeneinlasses

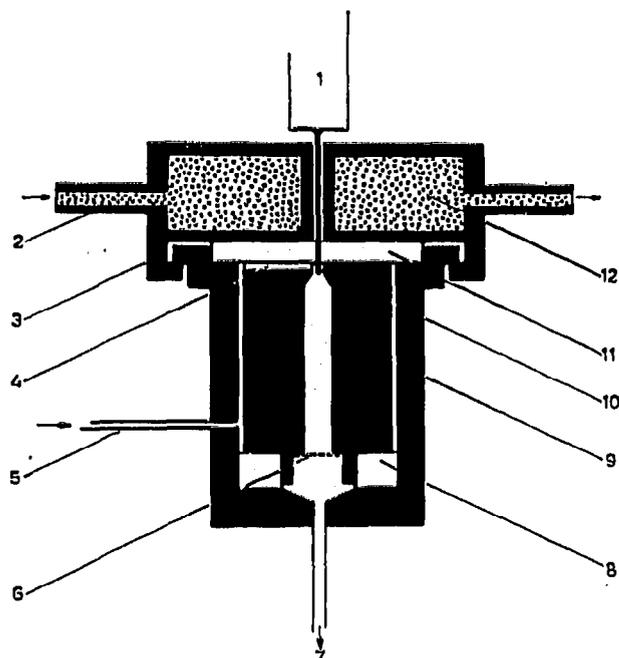


Fig. 1. Aufbau des Verdampfer-Blockes. (1) Dosierspritze; (2) Einlass für Kühlwasser; (3) Bajonnettverschluss; (4) Einlass-Schlitz für das Trägergas; (5) Trägergas-Zuführung (Kapillare); (6) Siebeinsatz (durch Spannring festgehalten); (7) beheizte Leitung zur Trennsäule; (8) Dichtungsring aus form- und hitze-beständigem Silikonkautschuk; (9) auswechselbarer Einsatz; (10) vom heissen Trägergas umspülte, vorderste Spitze der Kanüle; (11) Septum; (12) wassergekühlter Deckel.

schematisch dargestellt. Er ist in einem Beckman Gaschromatographen GC-2 eingebaut und ausgetestet worden. Dieser Verdampferblock ist durch eine zusätzliche regulierbare 100 Watt-Heizung auf die gewünschte Temperatur aufheizbar. Für die Äthylalkoholbestimmung im Vollblut (Probemenge $8 \mu\text{l}$) hat sich eine Temperatur von ca. 140° als geeignet erwiesen.

Dank

Die Ausführung des vorgeschlagenen Einlass-Systems wurde durch die Stiftung zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung an der Universität Bern ermöglicht, was an dieser Stelle bestens verdankt sei.

Gerichtlich-Medizinisches Institut der
Universität Bern (Schweiz)

U. P. SCHLUNEGGER

1 G. MACHATA, *Mikrochim. Acta*, (1962) 691.

2 H. BOBER, *Beckman Report*, 2 (1965) 24-27.

3 T. A. EASTERLING, *Perkin-Elmer GC-Newsletter X*, Vol. 1, No. 4.

4 U. P. SCHLUNEGGER, *J. Chromatog.*, 26 (1967) 1.

Eingegangen den 12. August 1966