

Diese abgeschätzten Messunsicherheiten lassen sich sinnvoll in Klassen zusammenfassen. Wie schon Horwitz <sup>3)</sup> erkannte, ist die Genauigkeit einer Konzentrationsbestimmung abhängig von der Konzentration des Analyten: Je tiefer die Konzentration, desto ungenauer die Messung.

Konzentration [µg/L]	u <sub>95%</sub> [%]
LOQ - 10	50
>10 - 20	40
>20 - 40	30
>40 - 70	25
>70 - 180	20
> 180 - 500	15

Mit der vorgestellten Methode lassen sich Benzodiazepine quantitativ erfassen. An den Ringversuchen der GTFCh wie auch der Schweizerischen Gesellschaft für Rechtsmedizin (SGRM) der letzten Jahre hat das IRM Basel mit dieser Methode erfolgreich teilgenommen.

<sup>3)</sup> Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs, W. Horwitz, Anal. Chem. 54 (1), 1982, 67A-76A

## Screeningmethode auf Blausäure und GHB

Ludwig von Meyer

*Institut für Rechtsmedizin der Universität München, Frauenlobstr. 7a, 80733 München*

### 1. Allgemeines

Es hat sich gezeigt, dass mit der am Institut für Rechtsmedizin München verwendeten Routinemethode zur Begleitstoffbestimmung auch Arznei- und Giftstoffe erfasst werden können.

Das Prinzip des Verfahrens, das allgemein für flüchtige Substanzen anwendbar ist, besteht in der Erwärmung des Probenmaterials in einem geschlossenen System und der Analyse des Dampfes über der Probe (Headspace oder Dampfraum). Zur Dampfdruckerhöhung wird wasserfreies Natriumsulfat zugegeben. Durch den Aussalzeffekt resultieren je nach flüchtiger Substanz deutlich größere Signal- bzw. Peakhöhen.

Die Konzentration der gesuchten Substanz im Dampfraum ist proportional der Konzentration in der Lösung (Probe), entsprechend dem Henry-Daltonschen Gesetz und im idealen Fall nur von der Systemtemperatur abhängig (Machata 1967).

Die Zufuhr der Gasprobe erfolgt mit automatischer Dosierung. Die chromatographische Trennung wird mit Kapillarsäulen durchgeführt. Als Detektor kommt wegen ausreichender Empfindlichkeit der Flammenionisationsdetektor (FID) in Frage.

Der Dampfdruck der flüchtigen Substanzen ist matrixabhängig. Zur Verminderung des Matrixeinflusses wird im Probengefäß mit Perchlorsäure/Perchlorat-Lösung gefällt.

Diese Säure führt u.a. auch zur Freisetzung flüchtiger Säuren wie Blausäure aus cyanidhaltigen Lösungen und zur Bildung von Gammahydroxybutyrolacton aus Gammahydroxybutyrat.

## 2. Reagentien

- Natriumsulfat, wasserfrei, pro analysi (VWR International / Best.-Nr. 1.06649, 1000)
- Perchlorsäure/Perchlorat-Lösung (VWR International / Best.-Nr. 1.09431, 0500)
- tert - Butanol pro analysi (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>/COH (VWR International / Best.-Nr. 109629.)

## 3. Geräte

- Headspace Sampler Perkin Elmer HS 101 mit Gas-Chromatograph 8420
- (Capillary Gas Chromatograph)
- Säule: Rtx 1701 60 m, 0,53 mm ID, 3,0 µm df (Restek Europa GmbH / Cat.# 12088 / Column-# 24602)
- desaktivierte FS Kapillarsäule als liner (Perkin Elmer Best.-Nr. 698521 / 5 m / 0,32 mm ID)

## 4. Gase

- Trägergas: Helium
- Wasserstoff
- Luft

## 5. Hilfsmittel

- 20 ml Probengefäße (Perkin Elmer)
- Verschlusskappen+Teflon-beschichtete Butylgummischeiben (Perkin-Elmer Part # for set of 1000 B 010-4240)

## 6. Methode

Es wird ein Temperaturprogramm verwendet.

<i>Oven temp</i>	40 ° C	135 ° C	200 ° C
<i>Isotime</i>	5.0	0.5	10.0 min
<i>Ramprate</i>	10.0	30.0	° C / min
<i>Inj.temp</i>	130 ° C	<i>Fid Sense</i>	High
<i>Det.temp</i>	200 ° C	<i>Det. Zero</i>	off

Die Dosierung erfolgt wegen des geringen Durchmessers der Megaboresäule als Hochdruckdosierung:

<i>Pressure</i>	70 kPa
<i>Equilib Time</i>	0,5 min

## 7. Untersuchung

0,5 g Natriumsulfat, wasserfrei  
 0,250 ml Probe (Plasma, Serum, Urin)  
 0,500 ml Perchlorsäure/Perchlorat-Lösung  
 0,100 ml tert. Butanol (Standard)  
 in ein 20 ml Probengefäß geben

## 8. Bewertung

Blausäure zeigte unter den angegebenen Bedingungen eine Retentionszeit von 3,7 min und GHB eine von 20 min bei einer Retentionszeit des internen Standards von 7,3 min. Die Nachweisgrenze für Blausäure beträgt ca. 10 mg/l, für GHB ca. 25 mg/l.