

## Entwicklungen und Trends der Sprizentechnologie – von der manuellen Spritze zur automatisierten Probenvorbereitung

[HAMILTON Bonaduz AG](#)

In der heutigen Zeit werden analytische Labore mit immer komplexeren Proben konfrontiert. Trotz der großen Vielfalt an unterschiedlichen Stoffen bleibt dabei die möglichst exakte Bestimmung von Flüssigkeits- und Gasvolumina eine der wichtigsten Grundvoraussetzungen für verlässliche Analysen. Neben der präzisen Dosierung von immer kleineren Volumeneinheiten haben Themen wie Präzision und Reproduzierbarkeit nichts von ihrer Bedeutung verloren. Zudem werden immer mehr Gerätespritzen verwendet, z.B. in Autosamplern. Aus diesem Grund ergibt sich ein ebenfalls wachsender Anspruch an die Lebensdauer der verwendeten Spritzenprodukte, um die Wechselintervalle möglichst lang gestalten zu können.

Die Firma Hamilton mit Hauptsitzen in Reno (USA) und Bonaduz (Schweiz) zählt weltweit zu den führenden Lieferanten von Präzisionsgeräten und Lösungen für Anwendungen im Labor, der Industrie und der Diagnostik. Seit der Entwicklung der ersten analytischen Spritzen im Jahr 1953 wurde die Technologie zur exakten Dosierung von Flüssigkeiten und Gasen kontinuierlich weiterentwickelt. Ursprünglich wurden manuelle Spritzen für die Injektion von Proben in der Gas Chromatographie (GC) verwendet. Ohne die Entwicklung der Hamilton GC-Spritzen hätte sich die Gas Chromatographie nicht innerhalb kurzer Zeit zu einer Standardtechnik entwickeln können, da es zur damaligen Zeit noch keinerlei Alternativen für die Dosierung der benötigten kleinen Probenmengen gab. Nach der Einführung der ersten 700er Spritzenserie mit passgenauem Kolben wurde sehr bald die 7000er Serie entwickelt, um auch extrem kleine Volumina exakt dosieren zu können. Das spezielle Design ermöglicht die vollständige Abmessung von kleinsten Probenmengen (<0.5 – 5 µL) ausschließlich innerhalb der Spritzennadel. Der Spritzenkolben wurde zu diesem Zweck mit einem sehr feinen Draht verlängert, welcher innerhalb der Nadel zur Volumenabmessung eingesetzt wird. Durch die Verlängerung des regulären Spritzenkolbens mit diesem sog. Wire kann das Volumen ganz bequem auf einer Skala abgelesen werden, welche sich auf dem Glaskörper der Spritze befindet. Diese auch als „Plunger-in-Needle“ bezeichnete Sprizentechnologie ermöglicht das vollständige Einbringen einer Probe in den Liner eines GC-Instrumentes. Störfaktoren wie z.B. unvollständigen Probeninjektionen durch Fraktionierung von leicht- und schwerflüchtigen Probenkomponenten in der Nadel und/oder der Verschleppung von Probenmaterial kann effektiv entgegen gewirkt werden, da der durch das Wire abgemessene Nadelinhalt vollständig in den Liner überführt wird.

Auch in der modernen Headspace Probenaufgabetechnik ist eine hohe Präzision und Reproduzierbarkeit der durchgeführten Injektionen essentiell. Beim Headspace Verfahren (häufig auch als Dampfphaseanalyse bezeichnet) wird die flüchtige Probe durch Verdampfung von der eigentlichen Probenmatrix getrennt. Die Gasphase wird mit der Spritze aus dem aufgeheizten und

gasdicht verschlossenen Probengefäß entnommen und in den Gas-Chromatographen injiziert. Die exakte und reproduzierbare Abmessung des Gasvolumens stellt bei herkömmlichen Spritzen ein Problem dar, da die verwendeten Dichtmaterialien stark von der Temperatur beeinflusst werden. Eine ungleichmäßige Abdichtung ist die Folge. Insbesondere die Probenentnahme und Injektion bei unterschiedlichen Temperaturen und die Verwendung von Temperaturrampen führt zu Problemen mit herkömmlichen Headspace Spritzen. Durch die wechselnden Temperaturen ändert sich auch die Anpresskraft der verwendeten Abdichtung für den Spritzenkolben. Es kommt es somit zu Leckagen, welche sich in einer geringen Genauigkeit und schlechten Reproduzierbarkeiten widerspiegeln. Eine Vorkonditionierung der Spritze bei konstant hoher Temperatur schafft, neben dem erhöhten Aufwand, nur kurzzeitig Abhilfe, da sich die Lebensdauer der Dichtung unter diesen Bedingungen drastisch verkürzt.

Um die zahlreichen Limitationen herkömmlicher Headspace Spritzen zu überwinden, wurde die High Dynamic Headspace Spritze (HD) entwickelt. Bei der HD Technik kommt eine neuartige Kompressionsfeder zum Einsatz (siehe Abb. 1), welche die thermische Ausdehnung des PTFE Dichtelements kontinuierlich ausgleicht und so stets eine optimale Abdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen gewährleistet. Die temperaturunabhängige Dichtheit der HD-Spritze zeigt sich in einer hohen Genauigkeit und exzellenten Reproduzierbarkeiten der GC-Headspace Analysen (siehe Abb. 2).

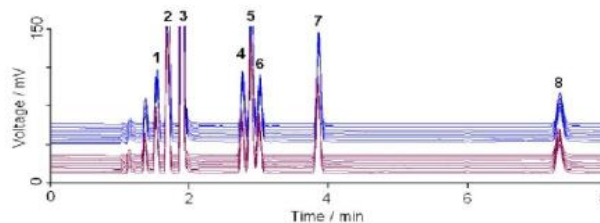


Figure 3: Overlay of gas chromatogram obtained at different syringe temperatures temperatures: 60°C blue traces, 100°C red traces.

Abb. 1:  
HD-Spritze mit Kompressionsfeder und PTFE Dichtung

Abb. 2:  
GC-Headspace Chromatogramm – Mehrfachinjektion mit HD-Spritze bei 60°C (blau) und 100°C (rot)

Eine weitere Innovation aus dem Bereich der Flüssigkeitsdosierung stellt die Salt Line Spritzenreihe dar. Es handelt sich dabei um gasdichte Spritzen, welche mit extrem widerstandsfähigen Dichtelementen versehen sind. Diese ermöglichen einen dauerhaften Einsatz in einem pH-Bereich von 1-13 sowie die Arbeit mit konzentrierten Salzlösungen. Diese Spritzen werden wegen ihrer hohen Lebensdauer vor allem in Instrumenten wie z.B. Autosamplern, klinischen Geräten oder Titratoren eingesetzt und sind für einen breiten Volumenbereich von 100 µL – 10 ml erhältlich.

Da insbesondere in der Routineanalytik aber auch in der Forschung und Entwicklung (beispielsweise beim Screening neuer Verbindungen) das Probenaufkommen drastisch zunimmt, wird eine teilautomatisierte Probenvorbereitung immer wichtiger. Nur so kann Zeit gespart und dem ebenfalls zunehmenden Kostendruck in modernen Laboratorien entgegengewirkt werden. Neben dem rein ökonomischen Aspekt bietet diese Art der Probenpräparation gegenüber einer manuellen Handhabung auch den Vorteil einer verbesserten Reproduzierbarkeit und Präzision insbesondere bei sehr hohen Probendurchsätzen.

Der neu entwickelte MICROLAB 600 Dilutor/Dispensor (siehe Abb. 3) vereint alle Vorteile in Form eines kompakten Labortischgerätes. Das intuitiv steuerbare Touchscreen-Interface verfügt über eine 2 GB Speicherkarte und ermöglicht eine einfache Bedienung. Unterschiedlichste Verdünnungsreihen können vorprogrammiert und bei Bedarf jederzeit abgerufen werden.



Abb.:3: MICROLAB 600 Dilutor/Dispensor

Die Volumenmessung erfolgt durch direkte Verdrängung über optimierte Spritzen. Die patentierten „Bubble Free Prime“ Spritzen verfügen über eine konisch geformte Stempeldichtung, welche bis in das Ventil reicht. Durch diese Konstruktion wird Totvolumen in den Spritzen und Ventilen vermieden. Das Primen während des Lösungsmittelwechsels kann so innerhalb kürzester Zeit erfolgen. Eine signifikante Zeit- und Lösungsmittelsparung ist die Folge. Präzisionsventile und ein komplett inerte Flüssigkeitspfad ermöglichen einen schnellen Wechsel zwischen unterschiedlichsten

Anwendungen und die exakte Dosierung auch von sehr aggressiven Medien.

Durch die apparative Probenvorbereitung wird der zunehmenden Standardisierung innerhalb vieler Laboratorien Rechnung getragen. Eine Rückführung der Geräte Kalibrierung auf NIST-zertifizierte Standards vereinfacht die Qualifikation gemäß verschiedenster Bestimmungen, wie z.B. EPA, GMP oder FDA.

Die zunehmende Automatisierung kennzeichnet einen der Haupttrends in der Spritzentechnologie. Automatische Probenpräparations- und –aufgabegeräte können, bedingt durch den technologischen Fortschritt und den zunehmenden Bedarf, zu immer attraktiveren Preisen angeboten werden. Daher wird sich der ungebrochene Trend zur Automation auch in kleineren Laboratorien und Firmen fortsetzen und die zukünftigen Innovationen im Bereich der Spritzentechnologie maßgeblich beeinflussen.