

Kapitel 4 – Dopingkontrolle!

Wie man einen Dopingst nder  berf hrt

Hinweis: Bearbeiten Sie dieses Kapitel erst, wenn Sie Kapitel 3 schon gemacht haben.

1. Einf hrung

An einem Leichtathletik-Meeting in Z rich hat der Schweizer Peter Meier die 100 m in der Rekordzeit von 9.8 sec. durchlaufen. Als Sieger wurde er zur Dopingkontrolle aufgeboten. Sein Urin wurde mittels Gaschromatografie untersucht.

Sie arbeiten im Analyselabor. Die Probe haben Sie zur Bestimmung im Gaschromatografen Ihrem Laboranten  berlassen. Die Auswertung m ssen Sie als ChefIn selber vornehmen.

2. Text zur Gaschromatographie

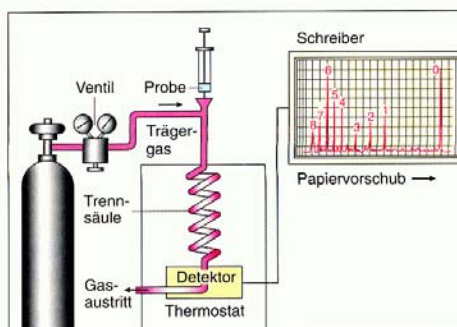
Gas-Chromatografie. Um 1950 begannen Grundlagenversuche zur Gas-Chromatografie, bei der inerte Gase als mobile Phase genutzt werden. Auf diese Weise lassen sich gasf rmige und verdampfbare Substanzen trennen. Im Vergleich zur Gas-Adsorptions-Chromatografie hat heute die Gas-Verteilungs-Chromatografie weitaus gr  ere Bedeutung. Hier dient Kieselgur als Tr germaterial f r eine hochsiedende Fl ssigkeit wie Silicon l, Polyglykol oder Trikresylphosphat als station re Phase.

In einem Gas-Chromatografen wird ein Tr gergas mit gleichm  iger Gasflussrate durch eine mit der station ren Phase gef llte Trenns ule geleitet. H ufig verwendete Tr gergase sind Helium, Argon und Stickstoff. Die S ulen sind spiralf rmige R hre mit einem Durchmesser von wenigen Millimetern und einer L nge von mehreren Metern. Die Analysenprobe wird zusammen mit etwas Luft mit einer Mikroliter-Spritze vor der Trenns ule in den Gasstrom injiziert. Ein Thermostat erm glicht es, die Betriebstemperatur der S ule auf den gew nschten Wert von bis zu 400  C einzustellen, sodass auch schwerfl chtige Stoffe untersucht werden k nnen.

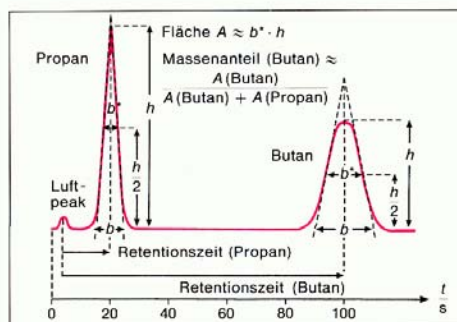
Die mit dem Tr gergas durch die S ule transportierten Substanzen verteilen sich aufgrund ihres verschiedenen L slichkeits- oder Adsorptionsverhaltens unterschiedlich zwischen der station ren Phase und dem Tr gergas. Nach unterschiedlicher **Retentionszeit** treten sie am S ulenende wieder aus und werden in einem W rmeleitf higkeits-Detektor nachgewiesen. Die **W rmeleitf higkeit** eignet sich deshalb als Messgr  e, weil sich die W rmeleitf higkeit der kleinen Molek le des Tr gergases stark von der W rmeleitf higkeit gr  erer Molek le unterscheidet. Wenn eine Komponente aus der S ule austritt,  ndert sich daher die W rmeleitf higkeit. Dies f hrt zu einer Temperaturerh hung und damit zu einer Zunahme des elektrischen Widerstands in der Messzelle. Diese  nderung wird gemessen und mit einem Schreiber als **Peak** aufgezeichnet.

Bei gleich bleibenden Versuchsparametern, wie Gasflussrate, Temperatur, station re und mobile Phase, L nge und Querschnitt der S ule und Ger teaufbau, lassen sich f r alle gasf rmigen und verdampfbaren Substanzen reproduzierbare Retentionszeiten und Fl chenma e der Peaks erzielen.

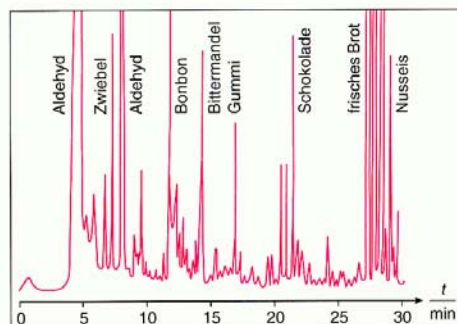
Mit modernen Gas-Chromatografen k nnen Stoffe noch in Konzentrationen von weniger als 10⁻⁶ ppm nachgewiesen werden. H ufig sind Massenspektrometer nachgeschaltet, sodass man auch Aussagen  ber die Struktur der einzelnen Bestandteile einer Probe machen kann. Umweltanalytik, Luft- und Gew sseruntersuchungen, Dopinganalysen, Reinheitsbestimmungen und die Identifizierung von Stoffen sind vornehmliche Anwendungsbereiche der Gas-Chromatografie.



1. Bau eines Gas-Chromatografen



2. Auswertung eines Gas-Chromatogramms



3. Gas-Chromatogramm von Kaffee Aroma (Ausschnitt). Den Peaks sind Geruchsbezeichnungen zugeordnet.

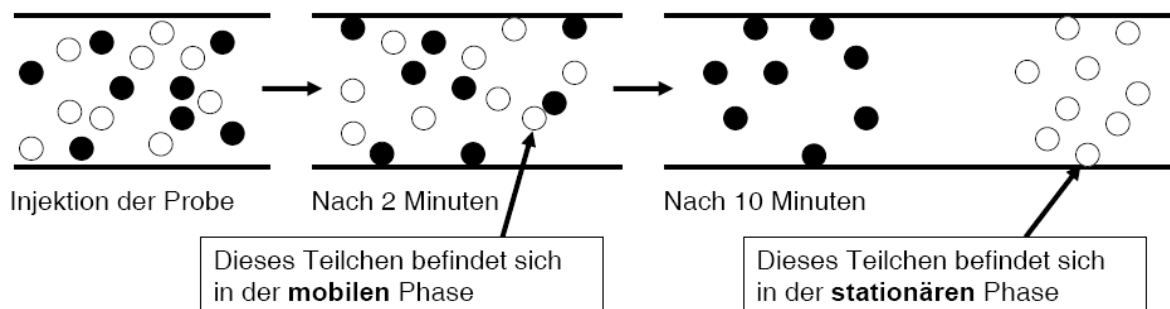
Ausschnitt aus: Schroedel: „Chemie heute SII“, S. 219

3. Theorie

Trennprinzip:

Das Prinzip der Trennung beruht auf der fortwährenden Einstellung von Verteilungsgleichgewichten. Die einzelnen Komponenten verteilen sich aufgrund ihrer Löslichkeit in einem bestimmten Verhältnis zwischen der flüssigen stationären und der gasförmigen mobilen Phase.

Schematische Darstellung des Vorgangs in der Trennsäule:



Der Verteilungskoeffizient ist definiert als:
$$K = \frac{c(\text{Stoff}) \text{ in der mobilen Phase}}{c(\text{Stoff}) \text{ in der stationäre Phase}}$$

K ist spezifisch für jeden Stoff.

Merke:

- Unterschiedliche Verteilungskoeffizienten bewirken unterschiedliche Wanderungsgeschwindigkeiten und führen zur chromatografischen Trennung.
- Zur Identifizierung einer einzelnen Komponente vergleicht man deren **Retentionszeit** t_R mit derjenigen einer reinen Vergleichssubstanz.
- Die Fläche unter dem Peak ist proportional zur Stoffmenge der einzelnen (bestimmten!) Komponente. Vereinfacht wird sie wie folgt berechnet: Breite in halber Höhe x Peakhöhe.

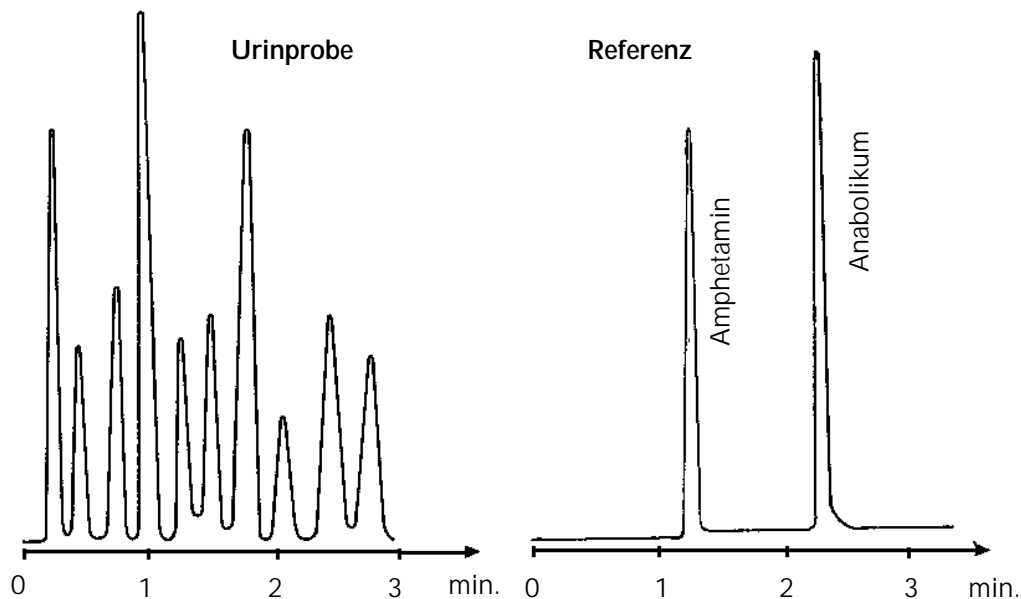
4. Aufgabe zur Dopingkontrolle

Ihr Laborant kann den Gaschromatografen bedienen, er ist aber mit der Auswertung noch nicht vertraut. Beschreiben Sie in drei bis vier Sätzen, was er Ihnen alles liefern und worauf er achten muss, damit Sie die Auswertung (Analyse) vornehmen können. Dabei ist wichtig, dass Sie eindeutig bestimmen können, ob Amphetamine oder Anabolika enthalten sind. **Auch möchten Sie die Menge eines allfällig vorhandenen Dopingmittels abschätzen können.**

-
-

Resultat

Die folgenden beiden Chromatogramme bringt Ihr Laborant zur Auswertung. Werten Sie die Chromatogramme aus und geben Sie an, ob der Sprinter gedopt war oder nicht.



- Notieren Sie die Retentionszeiten von Amphetamin und Anabolikum:

t_R (Amphetamin) = _____

t_R (Anabolika) = _____

- War der Sprinter gedopt? o nein o ja und zwar mit _____

Begründung: _____

Bitte bezeichnen Sie das entscheidende Signal im Chromatogramm.

Grenzwerte: - Amphetamin; 25 ng/mL
- Anabolika: kein Grenzwert – immer verboten

- Für die Referenzlösung wurden Konzentrationen von 100 ng/mL Amphetamin, respektive 2500 ng/mL Anabolikum verwendet (1 ng = 1 Nanogramm = 1 milliardstel Gramm). Falls der Sportler mit einer der Substanzen gedopt war, so berechnen Sie die gemessene Konzentration.

Die Konzentration von _____ beträgt: _____ ng/mL