

Englisch

Hinweise:

- Es ist auf eine gut lesbare und saubere Darstellung zu achten
- Jede Aufgabe ist direkt auf das Aufgabenblatt in dem dafür vorgesehenen Feld zu lösen
- Erlaubte Hilfsmittel: An der Prüfung abgegebene Wörterbücher (Allg. + Fachwörterbuch Chemie)
- Die Punktzahl von Teil 1 beträgt 60 und 35 für Teil 2 (Teil 1 zählt 2/3, Teil 2 zählt 1/3 der Note); Es gilt der Notenschlüssel der Expertengruppe
- Prüfungszeit: 60 Minuten (Teil 1 ca. 40 Minuten, Teil 2 ca. 20 Minuten)

Die Expertengruppe wünscht Ihnen gutes Gelingen und viel Erfolg!

Name, Vorname:

Note

Lösungserwartungen

Teil 1: Übersetzung englischer Fachtext ins Deutsche

Bitte übersetzen Sie den Text der Originalliteratur (*Clinical Chemistry*; Textauszug mit Anpassungen) auf der 2. Seite und schreiben Sie die Übersetzung auf die 5. und 6. Seite.

Hinweis : Jeder übersetzte Satz muss auf einer neuen Zeile begonnen werden.

Defects in Pyrimidine Degradation Identified by HPLC- Electrospray Tandem Mass Spectrometry of Urine Specimens or Urine-soaked Filter Paper Strips

Henk van Lenthe et al.

internal standard mixture

We made stock solutions of the stable-isotope-labeled compounds, and then made an aqueous mixture containing 1 mmol/L each of stable-isotope-labeled thymine, uracil and DHT. This mixture was used as the internal standard (IS) mixture.

liquid urine samples

Fresh urine samples were stored at 4 °C for analysis within 1 week, and others were stored at - 20 °C until analysis. We centrifuged the urines at 10000g for 5 min to remove debris and added 200 µL of clear urine to 20 µL of IS. Of this urine, we injected 20 µL into the HPLC-MS/MS system. Urinary creatinine concentrations were determined by the conventional alkaline-creatinine-picrate method.

urine-soaked filter-paper strips

We dipped filter-paper strips completely into urine and then removed the excess urine by wiping it off along the wall of the test tube. The strips were dried completely at room temperature. IS (20 µL) was pipetted onto the center of each strip, and after the strips were completely dry, they were cut into small pieces and put into a 2-mL Eppendorf tube. The pieces were extracted twice by sonification for 10 min with 750 µL of methanol-H₂O mixture (75 : 25 by volume). Both extracts were combined and dried at 40 °C under a stream of nitrogen. The dried sample was dissolved in 200 µL of HPLC eluant A, and after centrifugation at 10000g for 5 min, 20 µL of the clear extract was injected into the HPLC-MS/ MS. The remaining extract was used to measure creatinine as previously described.

hplc-esi ms/ms

The HPLC system consisted of an HP 1100 series binary gradient pump, a vacuum degasser, and a column temperature controller and was connected to a Gilson 231 XL autosampler. The Phenomenex Aqua analytical column was protected by a guard column (SecurityGuard; Phenomenex). The column temperature was maintained at 23 °C. A splitter between the HPLC column and the mass spectrometer was used, and 10–20 µL/min of eluant was introduced into the mass spectrometer. An electrically operated valve was used so that only the eluant from 4.1 to 9 min was introduced into the mass spectrometer (preventing early-eluting salts and late-eluting peaks from contaminating the mass spectrometer).

validation

The linearity and detection limits for each compound were established by injection of calibration mixtures with different concentrations. The stable-isotope-labeled compound of each analyte was used as IS. Analyte concentrations were determined using the slope and intercept of the calibration curve, which were obtained from a linear regression for the analyte/IS peak-area ratio versus the concentration of the calibrator.

The efficiency of the filter-paper extraction was obtained by pipetting 200 µL of a calibration mixture onto the filter paper and treating it as previously described for the urine-soaked filter paper.

Teil 2: Grammatik

1. Aufgabe (25 Punkte)

Schreiben Sie die Verben in der richtigen Zeitform (Aktiv oder Passiv):

1. In the year 122 AD, the Roman Emperor Hadrian (visit) **visited** his provinces in Britain.
2. On his visit, the Roman soldiers (tell) **told** him that Pictish tribes from Britain's north (attack) **had attacked** them.
3. So Hadrian (give) **gave** the order to build a protective wall across one of the narrowest parts of the country.
4. After 6 years of hard work, the Wall (finish) **was finished** in 128.
5. It (be) **was** 117 kilometres long and about 4 metres high.
6. The Wall (guard) **was guarded** by 15,000 Roman soldiers.
7. Every 8 kilometres there (be) **was** a large fort in which up to 1,000 soldiers (find) **found** shelter.
8. The soldiers (watch) **watched** over the frontier to the north and (check) **checked** the people who (want) **wanted** to enter or leave Roman Britain.
9. In order to pass through the Wall, people (must go) **had to go** to one of the small forts that (serve) **served** as gateways.
10. Those forts (call) **were called** milecastles because the distance from one fort to another (be) **was** one Roman mile (about 1,500 metres).
11. Between the milecastles there (be) **were** two turrets from which the soldiers (guard) **guarded** the Wall.
12. If the Wall (attack) **was attacked** by enemies, the soldiers at the turrets (run) **ran** to the nearest milecastle for help or (light) **lit** a fire that (can / see) **could be seen** by the soldiers in the milecastle.
13. In 383 Hadrian's Wall (abandon) **was abandoned**.
14. Today Hadrian's Wall (be) **was** the most popular tourist attraction in northern England.
15. In 1987, it (become) **became** a UNESCO World Heritage Site.

Vocabulary: protective (schützende), narrowest (naheste), to guard (bewachen), shelter (Schutz), gateway (Toröffnung); turrets (Türme); abandon (zurücklassen)

2. Aufgabe (10 Punkte)

Schreiben Sie die Verben in der richtigen Zeitform:

1. A: I (cycle / just) **have just cycled** 50 km.
2. B: I (cycle) **cycled** 100 km last week.
3. A: I (write) **wrote** an essay yesterday.
4. B: I (write / already) **have already written** two essays this term.
5. A: I (ring / just) **have just rung** my friend.
6. B: I (ring) **rang** my friend 10 minutes ago.
7. A: Two days ago, I (watch) **watched** a Madonna concert on TV.
8. B: I (see / already) **have already seen** Madonna live in concert.
9. A: I (spend) **spent** my summer holiday in Australia last year.
10. B: I (be / not) **haven't been** to Australia yet.

Punkte Teil 2	Note Teil 2
----------------------	--------------------

Name, Vorname:

Punkte Teil 1

Note Teil 1

Deutsche Übersetzung (Teil 1):

Nachweis von Pyrimidin – Abbau Defekten in Urin – Proben oder Urin durchnässten Filterpapier – Streifen mittels HPLC – Electropray Tandemmassenspektroskopie (2 Punkte)

Interne Standardmischung (1 Punkt)

Wir stellten Stammlösungen der stabilen – Isotopen - markierten Verbindungen her und machten anschliessend eine wässrige Mischung, welche je 1 mmol/l der stabil – Isotopen – markierten Verbindungen Thymin, Uracil und DHT enthielt. (3 Punkte)

Diese Mischung wurde als interne Standardmischung (IS) verwendet. (2 Punkte)

Flüssige Urin Proben (1 Punkt)

Frische Urin Proben wurden innerhalb wöchentlicher Analysefrist bei 4°C aufbewahrt und die anderen wurden bis zur Analyse bei – 20°C gelagert. (3 Punkte)

Um Trübungen (oder Ausfällungen) zu entfernen, zentrifugierten wir die Urine für 5 Minuten bei 10000g und fügten 200 µl des klaren Urins zu 20 µl IS. (2 Punkte)

Von diesem Urin injizierten wir 20 µl in das HPLC-MS/MS System. (2 Punkte)

Die Creatinin Konzentrationen im Urin wurden mit der konventionellen Alkali-Creatinin-Pikrate Methode bestimmt. (2 Punkte)

Urin durchnässte Filterpapier – Streifen (1 Punkt)

Wir tauchten die Filterpapier – Streifen komplett in den Urin ein und entfernten den überschüssigen Urin durch Abstreifen an der Wand des Probenbehälters (oder Probenröhrchens). (3 Punkte)

Die Streifen wurden bei Raumtemperatur vollständig getrocknet. (2 Punkte)

20 µl IS wurden in das Zentrum von jedem Streifen pipettiert und nachdem die Streifen vollständig getrocknet waren, wurden sie in kleine Stücke zerschnitten und in 2 ml Eppendorf Röhrchen abgefüllt. (3 Punkte)

Die Stücke wurden zweimal während 10 Minuten mit 750 µl einer Methanol-Wasser Mischung (75 : 25 v/v) mittels Ultraschall extrahiert. (2 Punkte)

Beide Extrakte wurden vereinigt und bei 40°C unter einem Stickstoff Strom (durch Aufblasen von Stickstoff) getrocknet. (2 Punkte)

Die getrocknete Probe wurde in 200 µl des HPLC Eluenten A aufgelöst und nach einem 5 minütigen Zentrifugieren bei 10000g wurden 20 µl des klaren Extrakts im HPLC-MS/MS injiziert. (3 Punkte)

Der verbleibende Extrakt wurde wie vorher beschrieben zur Bestimmung des Creatinin verwendet. (2 Punkte)

HPLC –ESI-MS/MS (1 Punkt)

Das HPLC System bestand aus einer Binärengradientenpumpe, einem Vakuumdegaser und einem Säulen-Ofen (Säulentemperatur – Controller) der HP 1100 Serie und war mit einem Gilson 231 XL Autosampler verbunden. (2 Punkte)

Die Phenomenex Aqua Analytikssäule wurde mit einer Vorsäule (SecurityGuard; Phenomenex) geschützt. (2 Punkte)

Die Säulentemperatur wurde bei 23°C gehalten. (2 Punkte)

Ein Splitter wurde zwischen der HPLC – Säule und dem Massenspektrometer eingesetzt und ein Eluentenfluss von 10 – 20 µl/min wurde in das Massenspektrometer eingeleitet.

(2 Punkte)

Ein elektrisch geschaltetes Ventil wurde verwendet, so dass nur der Eluent von Minute 4.1 bis 9 in das Massenspektrometer eingeleitet wurde (Verhinderung einer Kontamination des Massenspektrometers durch früh eluierende Salze und spät eluierende Substanzen).

(4 Punkte)

Validation

Die Linearität und Detektionslimiten wurden für jede Substanz durch die Injektion von Kalibrationsmischungen verschiedener Konzentrationen festgestellt. (2 Punkte)

Die stabile – Isotopen – markierte Substanz von jedem Analyten wurde als IS verwendet. (2 Punkte)

Die Konzentrationen der Analyten wurde mittels der Steigung und des Achsenabschnitts der Kalibrationskurven, welche aus einer linearen Regression des Analyten / IS Peakflächen - Verhältnisses gegen die Konzentration der Kalibriersubstanz erhalten wurde, bestimmt.

(4 Punkte)

Die Effizienz der Filterpapier – Extraktion wurde durch Auftragen von 200 µl einer Kalibrationsmischung auf das Filterpapier und anschliessender Behandlung, wie vorher für das Urin durchnässte Filterpapier beschrieben, bestimmt. (3 Punkte)

Gesamtpunktzahl : Punkte 60

Bewertung : erreichte Punktzahl / max. Punktzahl*5 + 1 = Note