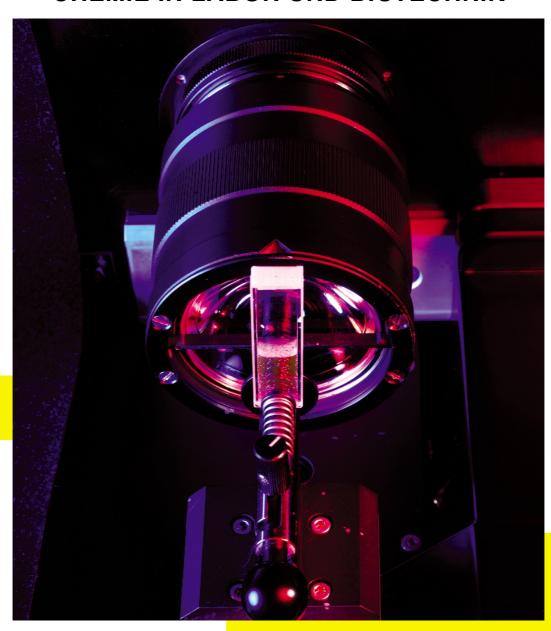


**3 2001** 

## **CHEMIE IN LABOR UND BIOTECHNIK**



**Identitätsprüfung** 

**Metallurgie** 

**Internetunterstützung** 

Qualitätsmanagement

**Textilien** 

### Leserbefragung

Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

wir bitten Sie hier um Ihre Meinung zur CLB, um die Zeitschrift noch mehr Ihren Wünschen anpassen zu können; die letzte Leserbefragung liegt fast drei Jahre zurück. Bitte antworten Sie einfach per Ankreuzen von a), b)... Faxen Sie die Antworten (auf einer Kopie bzw. ggf. als Notiz der Fragennummer und Ihrer Antwort an: **06223-9707-41** oder senden Sie sie an den Verlag. Wenn Sie uns auch noch Ihre Adresse oder Telefonnummer bzw. e-Mail mitteilen, nehmen Sie an der u.g. Verlosung teil. Alle Daten unterliegen dem Datenschutz und werden nicht weiter gegeben.

- 1. Lesen Sie die CLB seit ca. a) 1 Jahr, b) 5 Jahren, c) 10 Jahren?
- **2.** Sind a) Sie selbst Abonnent oder b) Ihre Firma/Ihr Institut?
- **3.** Lesen Sie die CLB in a) 1/2 Stunde, b) 1 oder c) 2 und mehr Stunden?
- **4.** Wie viele Personen außer Ihnen lesen das CLB-Exemplar: a) 1, b) 2, c) 3-5), d) 5-10, e) mehr als 10?
- **5.** Wie gefällt Ihnen die CLB? a) gut b) mehr Farbe und Bilder gewünscht c) ein viel moderneres Layout gewünscht
- **6.** Ist das CLB Memory für Sie a) unverzichtbar b) kann durch andere Artikel ersetzt werden?
- 7. Sammeln Sie speziell das CLB Memory? a) ja b) nein
- 8. Sehen Sie Anzeigen als

- sinnvolle Informationsquelle?
  a) ja b) nein
- **9.** Nehmen Sie ggf. Kontakt zu Firmen (nach Produktvorstellungen) auf per a) Telefon b) Fax c) e-Mail d) Brief?
- **10.** Sollen die Artikel der CLB a) eher den Charakter eines Übersichtsartikels oder b) eher den einer speziellen Originalarbeit haben?
- **11.** Soll der Bereich Ausbildung/Weiterbildung in der CLB stärker berücksichtigt werden? a) ja b) nein
- **12.** Soll der Bereich Biotechnologie in stärker berücksichtigt werden? a) ja b) nein
- 13. Hat eine stärkere Internet-Begleitung der CLB mit aktuellen Informationen für Sie eher a) einen hohen Stellenwert oder b) einen nachgeordneten Stellenwert?

- 14. Wären für Sie Filmsequenzen zum Laden aus dem Internet mit redaktionellen Inhalten (Messeimpressionen, Produktund Verfahrensdarstellungen) von Interesse? a) ja b) nein
- **15.** Wären Testberichte über Produkte für Sie a) von großer Wichtigkeit b) von nachgeordneter Wichtigkeit?
- **16.** Sind Sie a) Assistent im Labor b) Laborant c) Techniker d) Dipl.-Ing. e) Dipl.-Naturwissenschaftler f) Lehrkraft g) Sonstiges?
- **17.** Sind Sie tätig a) im Labor b) im Einkauf c) im Vertrieb d) in der Produktion e) in Lehre f) in Planung/Beratung?
- **18.** Zu welcher Branche gehört Ihr Arbeitgeber? a) Chemie b) Pharmazie c) Lebensmittel d) Medizin e) Maschinenbau f) Schule/Hochschule g) Untersuchungsamt h) sonstige

- **19.** Sind Sie am Entscheidungsprozess für Neuanschaffungen in Ihrem Arbeitsumfeld beteiligt? a) immer/oft b) eher selten c) nie
- **20.** Sind Sie a) unter 25 Jahre alt b) zwischen 25 und 30 c) zwischen 31 und 40 d) zwischen 41 und 50 e) zwischen 51 und 60 f) mehr als 60 Jahre alt?
- **21.** Sind Sie a) männlichen oder b) weiblichen Geschlechts?
- **22.** Sind Sie a) in Ausbildung oder haben Sie b) eine abgeschlossene Lehre c) einen FH-Abschluss d) einen Hochschulabschluss e) eine Promotion durchgeführt oder f) einen anderen Ausbildungsgang durchgeführt?

Vielen Dank!



#### **Auf Wunsch**

Name: Straße: PLZ/Ort: Telefon: e-Mail:

Unter allen adressierbaren Teilnehmern der Leserbefragung verlosen wir **drei Fluorit-Mineralien** ähnlich dem nebenstehend abgebildeten. Dieser stammt aus der Elmwood Mine in Tennessee, USA, und ist 20 Zentimeter lang. Sein Wert liegt bei 500 DM.



# Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

im 52. Jahr ihres Bestehens bekommt die CLB eine neue verlegerische Heimat. In einer so langen Zeit ändern sich Verlage, ihre Programme und auch die handelnden Personen. Es war bereits eine lange Tradition, dass die Zeitschrift in dem Verlag erschien, in dem sie auch gegründet wurde – damals unter dem Titel "Chemie – Die verständliche Zeitschrift für Labor und Betrieb".

Dennoch hat der Umschau Zeitschriftenverlag sich nunmehr entschieden, die Zeitschrift in andere Hände zu geben, nachdem sie durch die Entwicklung anderer Objekte und Marktsegmente im Hause Umschau nicht mehr zum strategischen Kernbereich passte.

Bei allen Veränderungen, die die Zeitschrift in den vergangenen fünf Jahrzehnten erfahren hat, ist der verlegerische Anspruch jedoch gleich gebliegen: Eine Zeitschrift herauszugeben, die die Grundlagen und Entwicklungen in der Chemie und den angrenzenden Gebieten der Naturwissenschaften in einen verständlichen Zusammenhang mit technischen, wirtschaftlichen und gesellschaftlichen Entwicklungen stellt. Darin inbegriffen ist ein Bildungs- und Beratungsauftrag, der beispielsweise über Produktvorstellungen hinausgeht und sich an Berufsanfänger wie auch an erfahrene Praktiker gleichermaßen wendet.

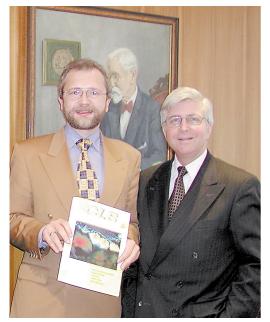
Diesen von den CLB-Begründern selbstgewählten Anspruch will ich weiterhin erfüllen. Dabei helfen mir sowohl die hochkarätigen Herausgeber wie weitere Kontakte zu führenden Personen aus Wissenschaft und Wirtschaft, die ich in mehr als 20-jähriger Tätigkeit als Journalist knüpfte, und ebenso Jürgen Wagner, der die CLB seit 1996 redaktionell verantwortlich betreut und dies auch weiterhin tut.

Sicherlich gibt es jedoch im Laufe der Zeit Unterschiede in der Art, wie dieser Anspruch zu erfüllen ist. So ist diese Ausgabe die erste CLB, bei der der Redakteur nicht mehr fragen muss, ob eine Seite

vierfarbig gedruckt werden kann. Der Vierfarbdruck wird durchgehend ermöglicht. Eine Internet-Begleitung der CLB ist eine Option auf die nahe Zukunft. Sie wird den individuellen Ansprüchen der Leser stärker als allein in der gedruckten Form entgegen kommen können.

Damit ich jetzt schon Ihre Interessen, liebe Leser, besser einordnen kann, bitte ich Sie, den auf der gegenüberliegenden Seite abgedruckten Fragebogen auszufüllen und an mich zu faxen. Ihre Mühe soll durch eine gestalterische Fortführung der Zeitschrift belohnt werden, die Ihre Interessen so weit wie möglich widerspiegelt.

Ihr



Übergabe: Der bisherige Verleger Hans-Jürgen Breidenstein (rechts) wünscht dem neuen Verleger Rolf Kickuth (links) viel Erfolg bei der Weiterentwicklung der CLB.

Rolf Wisherth

#### **Impressum**

CI B

Chemie in Labor und Biotechnik

#### Verlag:

Agentur & Verlag Rubikon für technische und wissenschaftliche Fachinformation Rolf Kickuth

#### Anschrift:

CLB

Agentur & Verlag Rubikon Bammentaler Straße 6 – 8 69251 Gaiberg bei Heidelberg Deutschland e-Mail: alle@rubikon.de

#### Herausgeber:

Dr. Dr. Ū. Fitzner, Düsseldorf · Prof. Dr. W. Fresenius, Taunusstein · Prof. Dr. K.-H. Koch, Dortmund · Prof. Dr. G. Kreysa, Frankfurt · Priv. Doz. Dr. H.-M. Kuß, Duisburg · Prof. Dr. Georg Schwedt, Clausthal-Zellerfeld · Prof. Dr. G. Weichbrodt, Aalen · Prof. Dr. G. Werner, Leipzig.

#### Redaktion:

Verantwortlicher Redakteur: Dipl.-Ing. Jürgen Wagner Telefon + Fax: (0 62 01) 18 69 44, e-Mail: WagnerCLB@aol.com

Redaktion CLB-Memory:

Reinhold Ellmer, Birkenstraße 1a, 58239 Schwerte Telefon (0 23 04) 8 18 54, Telefax (0 23 04) 8 32 71

Redaktionsbüro Konstanz:

Dr. Ognian Serafimov, Telefax (07531) 73255, e-Mail: Ognian.Serafimov@t-online.de

Ständige Mitarbeiter:

Dr. Röbbe Wünschiers, Uppsala; Dr. Mechthild Kässer, Diekholzen; Prof. Dr. Erika Krakovská, Kosice; Hans Dietrich Martin, Köln; Dr. Hans-Heinrich Vogt, Alzenau; Stud.-Dir. Hans-G. Winkler, Garbsen.

#### VBTA-Verbandsmitteilungen:

Thomas Wittling, Raiffeisenstraße 41, 86420 Diedorf, Tel. (0821) 3 27-23 30 / Fax (08238) 6 04 97

Verleger: Rolf Kickuth

#### Anzeigenberatung:

Dr. Elke von der Brüggen Tel. (0 62 23) 9707-44, Fax (0 62 23) 9707-41

#### Layout und Satz:

Agentur Rubikon

Druck: Printec Offset,

Ochshäuser Straße 45, 34123 Kassel

CLB erscheint monatlich.

#### Bezugspreise:

CLB Chemie in Labor und Biotechnik mit der Beilage "CLB-MEMORY". Einzelheft – außerhalb des Abonnements – DM 13,50, im Abonnement jährlich DM 138,– zuzüglich Versandkosten; ermäßigter Preis für Schüler, Studenten und Auszubildende (nur gegen Vorlage der Bescheinigung) jährlich DM 111,60 zuzüglich Versandkosten, inkl. 7% MwSt. Ausland auf Anfrage. Bezug durch den Buchhandel und den Verlag. Das Abonnement verlängert sich jeweils um ein weiteres Jahr, falls nicht 8 Wochen vor Ende des Bezugsjahres Kündigung erfolgt. Erfüllungsort ist Heidelberg. Mitglieder des VDC sowie des VBTA erhalten CLB zu Sonderkonditionen.

#### Anzeigenpreisliste:

Nr. 40 vom 1.1.2000. Bei Nichterscheinen infolge Streiks oder Störung durch höhere Gewalt besteht kein Anspruch auf Lieferung.

Die Zeitschrift und alle in ihr enthaltenen einzelnen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des Verlags unzulässig und strafbar. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Für die Rückgabe unverlangt eingesandter Buchbesprechungsexemplare kann keinerlei Gewähr übernommen werden.

ISSN 0943-6677





#### **EDITORIAL**

#### **AUFSÄTZE**

### Seite 84

#### Herausforderung Identitätsprüfung

Konrad Beckenkamp, Matthias Ohm, Darmstadt, Karl Molt, Oliver Mandal, Duisburg

In der chemischen und der pharmazeutischen Industrie kommt der Sicherheit des Verbrauchers eine zentrale Bedeutung zu. Um dieser Aufgabe gerecht zu werden, ist eine durchgängige Kontrolle der Qualität und vor allem der Identität von Produkten erforderlich, da in der gesamten Logistikkette des Produktionsprozesses an vielen Stellen Verwechslungen, z. B. von Gebinden, Etiketten etc. auftreten können. Je eher derart gravierende Fehler festgestellt werden, desto geringer ist – vom für den Verbraucher schlimmsten Fall der Auslieferung eines falschen Produktes einmal ganz abgesehen – die Gefahr von unerwarteten Störfällen in der Produktion und der damit verbundenen potentiellen Umweltbelastung (Emission, Entsorgung von Fehlchargen). Die Entwicklung geht daher hin zur Kontrolle des gesamten Prozesses und nicht nur der Endprodukte und Rohstoffe.

#### Seite 88

#### Analytik und Metallurgie (Teil 1)

Karl Heinz Koch, Dortmund

Ohne die ständigen Innovationen in der Analytik wären die wachsenden Erfolge der Hüttentechnik nicht möglich gewesen. Der durch die technische Entwicklung und die betriebliche Einführung neuer metallurgischer Verfahren sowie eine sich stän-



dig fortentwickelnde Weiterverarbeitung der Primärerzeugnisse charakterisierte Wandel in der Stahlindustrie führte zu immer neuen analytischen Aufgabenstellungen, wobei wechselseitige Beeinflussungen zu beobachten waren. Zu den prozess- und produktanalytischen Aufgaben kamen im Laufe der Zeit in steigendem Maße Problemstellungen aus den Bereichen Weiterverarbeitung und Oberflächenveredlung sowie Instandhaltung, Umwelttechnik und Ergonomie hinzu.



#### Seite 94

## Moderierte Adressverzeichnisse kontra Suchmaschinen

Sven Klaus, Clausthal-Zellerfeld

Die Fehlermeldung "404 - Objekt nicht gefunden" ist bei der Auswertung der Trefferlisten einer Internet-Suchmaschine alles andere als selten. Hinzu kommt, dass sich der Recherchierende oftmals mit einer zahlenmäßig unüberschaubaren Ergebnismenge konfrontiert sieht. Misere oder Chance? Themenbezogene, von Menschenhand gepflegte Internet-Adressverzeichnisse stellen hier eine Alternative dar, deren Aufbau, Vor- und Nachteile an dieser Stelle besprochen werden sollen. Vorgestellt werden Konzepte zur Erstellung solcher Adressverzeichnisse, deren Planung und Umsetzung eines der Aufgabengebiete der CUTEC-Institut GmbH ist.

## Seite 98

## Akkreditierung und Qualitätsmanagement im Labor

Roman Klinkner, Saarbrücken

In Chemie und Labor ist der Nachweis eines Qualitätsmanagementsystems bereits zur Standardanforderung geworden. Allerdings ist die Situation für Laboratorien besonders schwierig, da es unterschiedliche QM-Regelwerke gibt und viele Laboratorien aufgrund der Anforderungen von Kunden oder Behörden oftmals mehrere davon gleichzeitig berücksichtigen müssen. Im vorliegenden Artikel werden solche QM-Regelwerke vorgestellt und gegeneinander abgegrenzt.

### **CLB-MEMORY**

Differenzierung der Leukozyten	
Teil 2: Differentialblutbild	. M17
Von Punkten, Geraden, Kurven und Peaks (4)	M 19
Legierungen	M 20
Was die Azubis verdienten	M 21
Notfallchemie: Was ist ein "Gifttanker"?	M 22
Die EN-Werte und ihre Historie	M 23
Physik- und Chemiesektor programmiert geprüft	M 24

#### **UMSCHAU**

106 Neue Eigenschaften für Textilien

108 Wissenswertes rund um das Wasser



Versickerungsbecken an der Ruhr: Grundwasser wird über Filterbecken mit Ruhrwasser angereichert.

#### **RUBRIKEN**

82 IMPRESSUM

103 FORSCHUNG + TECHNIK

111 WIRTSCHAFT

112 SOFTWARE

113 LITERATUR

114 NEUE PRODUKTE

116 TERMINE

118 STELLENMARKT

119 BEZUGSQUELLEN-VERZEICHNIS

#### Titelbild-Verweis

Das Titelbild ist eine Anzeige der Firma Bruker. Weitere Informationen hierzu entnehmen Sie bitte der hinteren Umschlagseite innen.

## Herausforderung Identitätsprüfung

Dr. Konrad Beckenkamp und Dr. Matthias Ohm, Merck, Darmstadt, sowie Prof. Dr. Karl Molt und Dr. Oliver Mandal, Gerhard-Mercator-Universität, Duisburg

In der chemischen und der pharmazeutischen Industrie kommt der Sicherheit des Verbrauchers eine zentrale Bedeutung zu. Um dieser Aufgabe gerecht zu werden, ist eine durchgängige Kontrolle der Qualität und vor allem der Identität von Produkten erforderlich, da in der gesamten Logistikkette des Produktionsprozesses an vielen Stellen Verwechslungen, z. B. von Gebinden, Etiketten etc. auftreten können. Je eher derart gravierende Fehler festgestellt werden, desto geringer ist - vom für den Verbraucher schlimmsten Fall der Auslieferung eines falschen Produktes einmal ganz abgesehen - die Gefahr von unerwarteten Störfällen in der Produktion und der damit verbundenen potentiellen Umweltbelastung (Emission, Entsorgung von Fehlchargen). Die Entwicklung geht daher hin zur Kontrolle des gesamten Prozesses und nicht nur der Endprodukte und Rohstoffe.

/ Die eindeutige Identität eines Produktes ergibt sich aus dessen unverwechselbaren chemischen und physikalischen Eigenschaften. In der Pharmaindustrie wird bereits seit längerem jedes Gebinde beim Rohstoffeingang auf Identität überprüft. Dies ist eine integrale Forderung der Guten Herstellpraxis (GMP) und unterschiedlicher gesetzlicher Auflagen [1]. Chemische und pharmazeutische Produktionsprozesse sind jedoch häufig miteinander gekoppelt, da die chemische Industrie als Rohstofflieferant für Hersteller auf dem Gebiet der Arzneimittel, Kosmetika und Lebensmittel fungiert. Die für die Produktion dieser Konsumgüter geltenden besonders strengen Anforderungen und Richtlinien werden daher zunehmend auch auf die in diesem Zusammenhang eingesetzten chemischen Produkte angewendet.

Mittelfristig ist damit zu rechnen, dass sich auch die regulatorischen Anforderungen an die Qualitäts- und Prozesssicherung in der Herstellung und Distribution von chemischen Arzneimittelrohstoffen an den für Pharmazeutika geltenden Standard angleichen werden [2, 3].

#### Integrierte Identitätskontrolle

In der gesamten Prozesskette der Produktherstellung und -distribution erfolgt heutzutage noch häufig ausschließlich die Überprüfung der Deklaration, d. h. die Beschriftung der Gebinde (Etiketten, Barcode, usw.) wird mit dem Auftrag verglichen. Wenn auf diese Weise formale Fehler ausgeschlossen worden sind, so wäre es im Sinne einer maximalen Sicherheit aber angebracht, darüber hinaus sicherzustellen, dass der Inhalt eines Gebindes tatsächlich mit dem Etikett übereinstimmt. Um ein solches Maximum an Produktsicherheit zu erreichen, sind Anstrengungen erforderlich, die über eine konventionelle Qualitätskontrolle weit hinaus gehen und letztendlich in eine prozessintegrierte Identitätskontrolle (Verwechslungsprüfung) und Qualitätsprüfung (Qualitätssicherung) an den wesentlichen Punkten der Prozesskette mijnden.

#### Anforderungen an die Analytik

An die im Rahmen eines solchen verallgemeinerten Qualitätskonzeptes einzusetzenden analytischen Methoden werden hohe Anforderungen gestellt. Die auf Verwechslung zu prüfende Produktpalette kann in einem chemischen Herstell- oder Handelsbetrieb mehrere tausend chemische Verbindungen umfassen, wobei im Idealfall, zumindest bei der Abfüllung bzw. am Warenein- und -ausgang, jedes einzelne Gebinde überprüft werden soll. Zu einer derartigen Angleichung an praktizierte Standards der Arzneimittelherstellung sind neue Verfahren notwendig, die schnelle und eindeutige Identitätsprüfungen ermöglichen. Die Kosten für Implementierung und Unterhalt müssen im Vergleich zu den heutigen Methoden deutlich niedriger sein, da bei der konsequenten Umsetzung dieser Anforderungen erheblich mehr Prüfungen pro Zeiteinheit als bisher durchgeführt werden müssen.

Die Herausforderung bei einer solchen Entwicklung von in den Produktionsablauf integrierten und weitgehend automatisch arbeitenden Analysenverfahren besteht darin, eine praktisch 100%ige Richtigkeit der Ergebnisse zu gewährleisten.



Abb. 1: Kombiniertes NIR/Raman-Spektrometer.





Abb. 2: Schema der Bibliothekserstellung.

Letzterer Forderung könnte spontan die allgemeine Lebensweisheit entgegengehalten werden, dass es keine 100%ige Sicherheit gibt. Dies wäre in diesem Fall jedoch ein nicht angebrachter Fatalismus, denn mit einigen grundsätzlichen informationstheoretischen Überlegungen [4, 5] lässt sich zeigen, dass ein Analysensystem so konzipiert werden kann, dass es im Hinblick auf die Fragestellung eine 100%igen Empfindlichkeit und Spezifizität aufweist. Zwar gibt es kein Analysensystem, das völlig störungsfrei arbeitet. Damit solche Störungen jedoch nicht zu falschen Ergebnissen führen, muss das System eine gewisse Robustheit besitzen. Die wichtigste Voraussetzung für Robustheit ist ein hoher Grad an Redundanz, was bedeutet, dass die zu charakterisierende bzw. zu identifizierende Eigenschaft einer Substanz sich nicht nur an einem isolierten Merkmal (z. B. Peak) an einer einzigen Stelle im Analysensignal zu erkennen gibt, sondern zu diversen unterschiedlich strukturierten Teilsignalen führt.

Diese Voraussetzung erfüllen in besonderem Maße die schwingungsspektrometrischen Methoden, d. h. die Infrarot-, die Nahinfrarot- und die Raman-Spektrometrie, wobei allerdings die klassische IR-Spektroskopie auf Grund der nicht automatisierbaren Probenvorbereitung hier ausscheidet. Eine weitere wichtige Voraussetzung für Robustheit ist die Selektivität der angewendeten Methode im Hinblick auf die zentrale analytische Fragestellung. Bei der Identitätskontrolle organischer Verbindungen ist dies die Übereinstimmung in Bezug auf die chemische Struktur, und sowohl die NIR- wie auch die Ramanspektrometrie sind diesbezüglich äußerst selektive Methoden.

Etwas anders sieht die Situation im Falle von anorganischen Verbindungen aus. Da im NIR im allgemeinen nur wasserstoffhaltige funktionelle Gruppen absorbieren (in Form von Oberton- und Kombinationsbanden), besitzen die meisten anorganischen Verbindungen kein charakteristisches NIR-Spektrum. Besonders wenn es um die Identifizierungen der Anionen in Salzen wie z. B. Carbonaten, Nitraten, Sulfaten etc. geht, ist die Raman-Spektrometrie wesentlich selektiver.

Ist die analytische Fragestellung darüber hinaus die Art des metallischen Kations, so sind die schwingungsspektrometrischen Methoden insgesamt hierfür im allgemeinen ungeeignet. Als für die Automatisierung geeignetste atomspektrometrische Methode wurde daher zusätzlich die Röntgenfluoreszenzspektrometrie (RFA) in den Kanon der Analysenmethoden aufgenommen [6].

Das komplette System sollte zunächst in einem Betrieb für Feststoffe der Firma Merck zum Einsatz kommen, in dem mehrere tausend verschiedene reine organische und anorganische Feststoffe sowie Mischungen im Kleinmengen- (mg-Bereich) bis Großgebindemaßstab (Tonnage-Bereich) abgefüllt und konfektioniert werden. Hierzu wurde in Zusammenarbeit mit der Firma Bruker Optik GmbH (Ettlingen) ein neues gekop-FT-NIR/FT-Raman-Spektrometer (Abb. 1) entwickelt, einschließlich eines integrierten Autosamplers mit wechselbaren Probenrädern mit 23 Positionen für Probengläschen, mit dem von allen Proben sequentiell NIR- und/oder Raman-Spektren aufgenommen werden können. Die Bestrahlung der Proben erfolgt von unten durch den Boden der Probengläschen, und zwar mit einer Halogenlampe (über Lichtleiter) für die Aufnahme von NIR-Spektren bzw. einem NdYAG-Laser (1,03 µm) für die Aufnahme von Raman-Spektren.

Für die atomspektrometrische Identifizierung wird parallel hierzu ein Simultan-RFA-Gerät (Xepos, Fa. Spectro, Kleve) betrieben, für das zur Zeit eine automatisierte neuartige Identitätsauswertung entwickelt wird. Zur Probenvorbereitung genügt für beide Techniken ein einfaches Umfüllen der Feststoffe in Probengläschen oder Spectrocups.

#### Datenbankkonzept und Automation

Die Aufgabenstellung besteht in der Identitätskontrolle bekannter Produkte, nicht dagegen in der Identifizierung unbekannter Proben. Hierzu muss das Spektrum jedes später im Routinebetrieb auf Identität zu kontrollierenden Produkts in einer Spektrenbibliothek abgelegt werden. Für NIR und Raman wird jeweils eine separate Teilbibliothek erstellt (Abb. 2). Die Bibliotheken müssen sorgfältig kalibriert und validiert [7] werden, damit später eine zuverlässige automatische Aussage erfolgen kann, ob ein auf Qualität zu untersuchendes Produkt spezifikationsgemäß ist oder nicht. Hierbei müssen Gruppen ähnlicher Substanzen gemeinsam betrach-

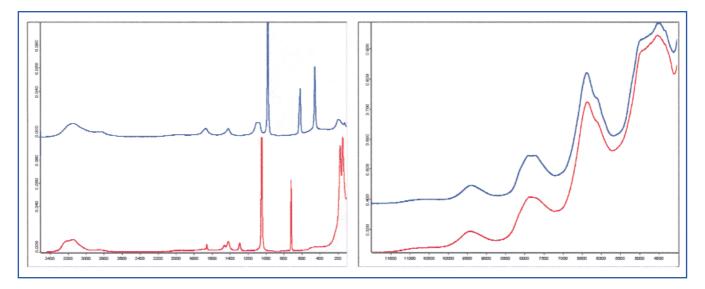


Abb. 3: Raman- und NIR-Spektren von Ammoniumsulfat (oben) und Ammoniumnitrat (unten).

tet werden, wobei sicherzustellen ist, dass eine eindeutige Diskriminierung zwischen den unterschiedlichen Produkten innerhalb der Gruppe erfolgt.

Bei Erfassung einer neuen Substanz oder Substanzgruppe wird entschieden, ob NIR und/oder Raman für eine eindeutige Identifizierung am besten geeignet ist. Nach Möglichkeit erfolgt die Identitätskontrolle mit nur einer der beiden Techniken, und zwar bevorzugt mittels NIR-Spektrometrie, da diese z. Zt. noch deutlich kürzere Messzeiten aufweist.

Die Identitätskontrolle erfolgt automatisch durch Vergleich der Probenspektren mit der jeweiligen Teilbibliothek. Wird eine Probe als nicht spezifikationsgemäß zurückgewiesen, so werden – neben einem Report – das Proben- und das Referenzspektrum für einen visuellen Vergleich ausgedruckt. Wird die Probe dagegen als spezifikationsgemäß erkannt, so ist kein weiteres Eingreifen notwendig, sondern das Ergebnis wird direkt weitergeleitet.

#### Leistungsfähigkeit und Grenzen des Konzeptes

Für den größten Teil organischer und anorganischer Substanzen ist die Kombination der NIR- und der Raman-Spektroskopie ein sinnvolles und vor allem routinetaugliches Identifizierungswerkzeug, da beide Techniken im Hinblick auf diese Aufgabenstellung wesentliche Vorteile aufweisen:

- Eine Probenvorbereitung ist praktisch nicht notwendig
- Automatisierte Messung und Auswertung sind möglich
- Ergebnisse liegen innerhalb weniger Minuten vor (NIR: ca. 4 min, Raman: ca. 8 min).

Die Tatsache, dass nicht nur die NIR, sondern zusätzlich die Raman-Spektroskopie zum Einsatz kommt, bedeutet eine erhebliche Erweiterung der Selektivität des Analysensystems. So sind z. B. die NIR-Spektren von Ammoniumsulfat und Ammoniumnitrat (Abb. 3, rechts) praktisch identisch, da im NIR nur das wasserstoffhaltige Ammoniumion spezifische Absorptionen besitzt, nicht dagegen die wasserstofffreien Anionen Sulfat und Nitrat.

Im Raman-Spektrum ist dagegen eine eindeutige Unterscheidung sehr einfach möglich, da die Grundschwingungen der entsprechenden Anionen sich dort in Form von intensiven und scharfen Banden an unterschiedlichen Wellenzahlen beobachten lassen. Besteht also bei einer der Methoden eine Verwechslungsgefahr mit anderen Substanzen, so kann dieses Problem meistens behoben werden, indem für die Identitätsprüfung dieser Substanzgruppe auf die jeweils alternative Methode zurückgegriffen wird. Die Wahl der geeigneten spektrometrischen Methode kann auch von besonderen Randbedingungen abhängig sein. Treten beispielsweise durch schwankenden Wassergehalt Schwierigkeiten bei der NIR-spektrometrischen Identifizierung einer Substanz auf (da Wasser ein starker NIR-Absorber ist), so kann die Raman-Spektroskopie von Vorteil sein, da das Raman-Signal von Wasser nur sehr geringe Intensitäten aufweist und dieses daher kaum stört. Möchte man umgekehrt den Wassergehalt quantifizieren, so ist die NIR-Spektroskopie zu bevorzugen, da bei dieser die Banden von Wasser sehr intensiv sind.

Wie bereits erwähnt, eignet sich die Schwingungsspektrometrie nicht für den Nachweis von Metallen oder NIR- und Raman-inaktiven Substanzen (z. B. NaCl). Um diese Lücke zu schließen wurde das vorliegende System durch die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) ergänzt. Durch die Kombination NIR/Raman/RFA können alle organischen und anorganischen Feststoffe mit ausreichend hoher Sicherheit identifiziert werden.

## Logistik der Proben, Daten und Ergebnisbewertung

Bei dem Beispiel des Abfüllbetriebes wird die Identitätskontrolle atline durchgeführt, d. h. es werden im Betrieb Muster gezogen und im benachbarten Labor zeitnah analysiert.

Am Probeneingang des Labors wird durch eine Datenbankabfrage eine Sortierung in NIR/Raman bzw. RFA-Proben vorgenommen, da letztere einem separaten Gerät zugeführt werden. Per Barcode oder manueller

Eingabe werden die Probendaten erfasst und von dem NIR/Raman-System automatisch abgearbeitet. Wird bei der automatisierten Identitätsprüfung ein "nicht identisch" festgestellt, so wird eine Wiederholungsmessung durchgeführt. Bestätigt sich der Befund, so erfolgt eine manuelle bzw. visuelle Plausibilitätsprüfung der Datensätze der Datenbank (Referenzspektrum) und der Messung (Probenspektrum). Erst wenn sich auch bei dieser Nachprüfung eine signifikante Abweichung von der Referenzprobe bestätigt, wird der Betrieb informiert. Unabhängig von der Ursachenforschung kann mit diesem Konzept (Abb. 4) schnell gehandelt und im

Tritt bei einer Probe das Ergebnis "nicht identisch" in der automatisierten Identitätsprüfung auf, so bedeutet dies nicht zwangsläufig, dass tatsächlich eine Verwechslung stattgefunden hat. Dies kann insbesondere dann auftreten, wenn der Datensatz für den Bibliotheksaufbau zu klein und nicht repräsentativ war. In diesen Fällen wird eine Nachvalidierung der Referenzdatensätze durchgeführt und die Qualität der Referenzdatenbank, die derzeit schon mehr als tausend Einträge enthält, sukzessive verbessert.

Verwechslungsfall rechtzeitig einge-

griffen werden.

Bei der Röntgenfluoreszenzanalyse wurde bislang ein visueller Vergleich zwischen Proben- und Referenzspektren durchgeführt. Zur Zeit wird eine in Zusammenarbeit mit der Fa. Spectro, Kleve, entwickelte, automatisierte Auswertung, vergleichbar dem oben beschriebenen NIR/Raman-Konzept, eingeführt [6].

#### Fazit

Die Kombination NIR/Raman/ RFA stellt ein für die Automatisierung geeignetes Analysenkonzept dar, das den Ansprüchen an Selektivität und Robustheit für die routinemäßige Identifizierung eines Großteils organischer und anorganischer Produkte vollauf genügt. In dem genannten Abfüllbetrieb hat sich das System als In-Prozess- und Endkontrolle seit mehr als einem Jahr bewährt. Derzeit werden dort ca. 90 % der Substanzen mittels NIR/Raman-Spektroskopie und 10 % mittels RFA identifiziert, wobei eine Produktpalette von zur Zeit ca. 2000 Artikeln abgedeckt wird. Monatlich werden derzeit insgesamt ca. 1000 Proben kontrolliert. Gleichzeitig erfolgt eine ständige Erweiterung der Bibliotheken.

Mit herkömmlichen Methoden wäre es nicht möglich, unter vertretbarem Aufwand ein derart hohes Probenaufkommen zu bewältigen. Die Einführung eines zweiten NIR/Raman-Gerätes steht in Kürze bevor. Perspektiven für die Weiterentwicklung des Systems sind die datentechnische Kopplung der NIR/Raman-Spektrometer mit der RFA, die Auswertung quantitativer Parameter (Analyse von Mischungen, Wassergehalt und Korngröße) und die Ausweitung des Identitätsprüfungskonzepts auf den Wareneingang.

#### Literatu

[1] EG Guide to Manufacturing Practice for Medicinal Products (1999).

[2] ICH Draft Q7a, "Good Manufacturing Practice Guide for Active Phamaceutical Ingredients" International Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceutical's for Human Use, DRAFT Consensus Guideline released for consultation at step 3 of the ICH process on 9.11.2000.



[3] IPEC Europe, "Good Distribution Practice – A New Challenge to Improve Excipient Safety", Pharmaceutical Techn. Europe 10, 20-24 (2000).

[4] Karl Molt, Dirk Ihlbrock, "Principles and applications of quality control by near infrared spectroscopy using the example of polymer additives", Fresenius J. Anal. Chem. 348, 523-529 (1994).

[5] Karl Molt, "How safe are NIR-library systems? Information-theoretical and practical aspects", Fresenius J. Anal. Chem. 359, 67-73 (1997).

[6] A.Henrich, O. Mandal, K. Beckenkamp, M. Ohm, C. Saal, and M. Bartels, "Automatic on-line identification and quality control of chemicals by combined NIR/Raman- and energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry", Invited Lecture, 3rd International Colloquium on Process Related Environmental Analytical Chemistry (Preach), Leipzig, 2000.

[7] Oliver Mandal, "Erstellung und Validierung einer kombinierten NIR/Raman-Bibliothek zur Identitätskontrolle organischer und anorganischer Substanzen", Dissertation Gerhard-Mercator-Universität Duisburg, 1999.

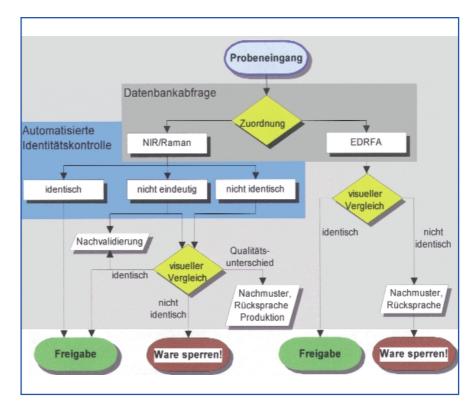


Abb. 4: Schematischer Ablauf der Identitätsprüfung.

## **Analytik und Metallurgie** (Teil 1)

Prof. Dr. Karl Heinz Koch, Gesellschaft zur Förderung der Spektrochemie und angewandten Spektroskopie e. V., Dortmund

Ohne die ständigen Innovationen in der Analytik wären die wachsenden Erfolge der Hüttentechnik nicht möglich gewesen. Der durch die technische Entwicklung und die betriebliche Einführung neuer metallurgischer Verfahren sowie eine sich ständig fortentwickelnde Weiterverarbeitung der Primärerzeugnisse charakterisierte Wandel in der Stahlindustrie führte zu immer neuen analytischen Aufgabenstellungen, wobei wechselseitige Beeinflussungen zu beobachten waren. Zu den prozess- und produktanalytischen Aufgaben kamen im Laufe der Zeit in steigendem Maße Problemstellungen aus den Bereichen Weiterverarbeitung und Oberflächenveredlung sowie Instandhaltung, Umwelttechnik und Ergonomie hinzu.

Nach 150 Jahren endet mit der Stillegung der Eisen- und Stahlherstellung in Dortmund im Jahre 2001 ein Kapitel der wechselvollen und traditionsreichen Geschichte eines bedeutenden Wirtschaftszweiges, nämlich das Zeitalter der großen gemischten Hüttenwerke im östlichen Ruhrgebiet. Die heutige Kostensituation erfordert eine Konzentration der Stahlerzeugung auf möglichst wenige, kostengünstige Standorte ("Rheinschiene") unter Einsatz weniger großer Erzeugungseinheiten bei gleichzeitiger Kapazitätsanpassung an den geänderten Markt.

Das Ende der angesprochenen industriellen Ära ist nun Anlass, einmal Rückschau aus chemisch-analytischer Sicht zu halten und zu zeigen, wie eng in der abgelaufenen Zeitspanne der Fortschritt der metallurgischen Prozesstechnik und die Qualität der Erzeugnisse mit der Analytik verknüpft

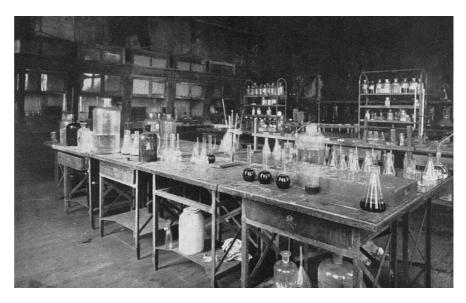


Abb.1: Blick in ein Betriebslaboratorium (um 1880).

waren. Ohne die ständigen Innovationen in der Analytik wären die wachsenden Erfolge der Hüttentechnik sicher nicht möglich gewesen [1]. Die chemische Analytik hat teilweise sogar metallurgische Verfahren durch die Bereitstellung prozessgerechter und zeitkritischer Untersuchungsmethoden erst ermöglicht.

Dabei waren die chemische Untersuchung von Roh- und Hilfsstoffen bei der Roheisen- und Stahlerzeugung und die chemische Prüfung der Zwischen- und Endprodukte zunächst die typischen Aufgaben der chemischen Laboratorien. Diese stellen auch heute noch wesentliche Arbeitsbereiche dar und besitzen eine wichtige Funktion im Rahmen der Qualitätssicherung der Erzeugnisse.

Der durch die technische Entwicklung und die betriebliche Einführung neuer metallurgischer Verfahren sowie eine sich ständig fortentwickelnde Weiterverarbeitung der Primärerzeugnisse charakterisierte Wandel in der Stahlindustrie führte zu immer neuen analytischen Aufgabenstellungen, wobei wechselseitige Beeinflussungen zu beobachten waren: Die chemische Analytik hatte sich einerseits einer geänderten Verfahrenstechnik anzupassen und war andererseits wesentliche Voraussetzung für metallurgische Neuentwicklungen [2]. Zu diesen prozess- und produktanalytischen Aufgaben kamen im Laufe der Zeit in steigendem Maße Problemstellungen aus den Bereichen Weiterverarbeitung und Oberflächenveredlung sowie Instandhaltung, Umwelttechnik und Ergonomie hinzu.

## Frühe Anfänge der Materialprüfung

In der Zeit vor der systematischen Prüfung der Roh- und Hilfsstoffe sowie der Stahlerzeugnisse (vor etwa 1840) dienten chemische Analysen hauptsächlich der Untersuchung chemischer Reaktionen und der Kinetik physikochemischer Prozesse. Ein interessantes Beispiel aus der Metallurgie ist die Erforschung der chemischen Reaktionen in einem Hochofen durch Robert Bunsen, einem der Be-



gründer der Emissionsspektralanalyse. Er untersuchte die Rolle, die die verschiedenen Gase während des Reduktionsprozesses spielen und konnte dadurch die grundlegenden Kenntnisse über den Hochofenprozess wesentlich erweitern [3]. Damit war er auch der erste Wissenschaftler, der sich mit Fragen der Prozessoptimierung auf diesem Gebiet beschäftigte.

In der Frühzeit der großindustriellen Metallurgie war der Kontakt zwischen Wissenschaft und Technik hinsichtlich der Untersuchung der Zwischen- und Endprodukte noch sehr spärlich ausgeprägt, so dass häufig unter den Hüttenleuten die Auffassung vertreten wurde, nach der (nass)chemische Analysenverfahren niemals die "trockene" Bruchprobe verdrängen würden. Noch um die Mitte des 19. Jahrhunderts erfolgte nämlich die Prüfung von Roheisen und Stahl allein durch eine visuelle Beurteilung der Bruchflächen von Guss- bzw. Schmiedeproben, worin die Meister in den Schmelzbetrieben eine uns heute unwahrscheinlich anmutende Fertigkeit und Erfahrung besaßen [4].

In jener Zeit dienten analytische Untersuchungen im Wesentlichen zur Feststellung der chemischen Zusammensetzung von Roh- und Hilfsstoffen sowie der Fertigerzeugnisse als Bestätigung der Produktionsvorgaben. Eine laufende Prozessüberwachung oder eine Ausgangskontrolle war nicht möglich, denn eine Bestimmung des Kohlenstoffanteils im Stahl dauerte damals zwölf Stunden und eine Manganbestimmung zwei Tage. Erwähnenswert ist, dass damals schon die Bedeutung des Mangans im Stahl und der schädliche Einfluss der Begleitelemente Phosphor und Schwefel bekannt war. Wenige Jahre später wurden bereits auch Chrom, Wolfram und Nickel als Legierungselemente, beispielsweise für die Herstellung von Werkzeugen, Radreifen und Panzerplatten, genutzt und waren damit analytisch von Interesse.

Von Beginn an bildeten chemische Untersuchungen – später in Verbindung mit Gefügeuntersuchungen, die ab 1895 Eingang in die Prüfpraxis fanden, und mit mechanisch-technologischen Prüfungen – die Voraussetzung für die gezielte Entwicklung und Erzeugung von Stählen mit anwendungsorientierten Eigenschaften bei (möglichst) gleichbleibender Qualität.

Für die Bewertung des Ausgangsrohstoffes Eisenerz hinsichtlich seiner Verhüttbarkeit und seines Ausbringens sowie der Qualität des Roheisens wurde eine Schmelzprobe durchgeführt. Dazu mischte man das Erz mit Koks und Zuschlagstoffen und erhitzte es 1,5 Stunden in einem Gebläseofen. Der durch Reduktion der Eisenoxide entstandene Regulus. "König", und die gebildete Schlacke dienten zur Beurteilung des Versuchsergebnisses. Qualitätskriterien für die metallische Phase waren das Aussehen der Oberfläche und der Bruchfläche, die Sprödigkeit bzw. die Schmiedbarkeit, während für die Schlacke ihre Beschaffenheit und ihre Färbung die gewünschten Hinweise lieferten.

#### Analytik für neue Produktionsverfahren

Die großen Schwierigkeiten, die sich bei der Einführung der im Vergleich zu den bisher üblichen Produktionsmethoden wesentlich schneller ablaufenden "Windfrischverfahren" herausstellten, (Bessemer-Verfahren (1855), ab 1865 im Hörder Werk neben Krupp erstmals in Deutschland großtechnisch angewendet (siehe Kasten); Thomas-Verfahren (1878), bereits 1879 in Hörde als einem der beiden ersten deutschen Werke eingeführt) veranlassten die Hüttenwerke. der chemischen Analytik mehr Beachtung zu schenken und kleine chemische Laboratorien einzurichten. Die damals erreichbaren Analysenzeiten genügten zunächst für die Bewertung der eingesetzten Roh- und Hilfsstoffe und der Kennzeichnung der Stahlerzeugnisse, sie ließen aber keine Einflussnahme auf die metallurgischen Prozessabläufe zu.

Die ersten Laboratorien der 60er Jahre des 19. Jahrhunderts waren meist in äußerst bescheiden ausgestatteten Räumen der Bürogebäude der Hochofen- und Stahlwerke, der Kraftwerke und der Kokereien untergebracht und den jeweiligen Betriebsleitungen unterstellt. Das galt auch für die ersten Laboratorien im Dortmun-



Abb. 2
Dortmunder Eisenhüttenlaboratorium.



Abb. 3: Blick in ein chemisch-technologisches Laboratorium (1960).

der Raum (Abb. 1). Der Personalstand war noch recht bescheiden. So waren beispielsweise für einen Hochofenwie für einen Stahlwerksbetrieb ein Chemiker und drei Laboranten oder Laborgehilfen (einen festgelegten und anerkannten Ausbildungsplan für diese Tätigkeit gab es zu jener Zeit nicht!) tätig. Die für den Hochofenbetrieb benötigten Erze und Zuschlagstoffe wurden mittels titrimetrischer (Fe) und gravimetrischer Verfahren (Mn, Si, Al, Ca, Mg, Cu, Pb, As, Sb, P), die zahlreiche chemische Trennschritte erforderten und sehr zeitaufwendig waren, analysiert, während das erzeugte Roheisen eines jeden Ofens einmal in 24 Std. auf die Elemente C, Si, Mn, P und S gravimetrisch untersucht wurde. Die ersten Analysen im Bereich der Kraftwerke waren die Bestimmung des Wasser-

Tab.1: Chemische Zusammensetzung von Gussstahlachsen (um 1875).

Element	Spanne der analy-
	tischen Ergebnisse
	Massenanteil in %
С	0,3-0,7
Si	0,07 - 0,28
Mn	0,09 - 0,37
Р	0,05-0,09
S	0,06 - 0,20

und Ascheanteils in Kohlen und die Härte des Kesselwassers. Mit der Entwicklung der Permanganatmethode zur Bestimmung des Eisens durch F. Margueritte (1846) beginnt das "Zeitalter" der Titrimetrie in der metallurgischen Analytik. Maßanalytische Verfahren verdrängen in der Folgezeit aufgrund technischer Erfordernisse und infolge ihres geringeren Zeitbedarfs weitgehend die gewichtsanalytischen Methoden.

#### Erste Zentrallaboratorien und ihr Wirkungskreis

In der Zeit um 1890 entstanden die ersten Laboratorien als zentrale Prüfabteilungen (Abb. 2), und mit ihnen beginnt eine neue Phase der industriellen Analytik, die zunehmend durch die vollständige chemische Analyse aller Roh-, Hilfs- und Brennstoffe

Windfrischverfahren

H. Bessemer erfand 1855 ein Verfahren zur Stahlerzeugung, bei dem in einem speziellen Schmelzgefäß (Konverter) Luft durch die (phosphorarme) Roheisenschmelze zur Oxidation der für den Stahl unerwünschten Elemente geblasen wurde. S.G. Thomas gelang es dann 1878, das Verfahren auch auf phosphorreiches Roheisen anzuwenden.

sowie der Prüfung der Zwischen- und Endprodukte charakterisiert ist. Die an die Analysenverfahren gestellten Forderungen waren angesichts der Spannen, in denen die einzelnen Elementanteile einer Stahlsorte schwanken konnten, leicht zu erfüllen (siehe Tab. 1). Allerdings ermöglichten sie noch keine Prozesskontrolle. Schon 1883 regte sich in der Stahlindustrie der Wunsch nach einer Zusammenarbeit auf analytischen Gebiet und es wurde beim Verein Deutscher Eisenhüttenleute eine Chemiker-Kommission gebildet, die "die bisherige Unsicherheit und Verschiedenheit der analytischen Resultate beseitigen" sollte. Modernität dieser Gemeinschaftsarbeit erhellt die Tatsache, dass bereits 1888 die Schaffung von "Normalverfahren" angeregt und erste Ringversuche durchgeführt wur-

Eine Voraussetzung zur Vereinheitlichung der Arbeitsweisen war die genaue und vollständige Beschreibung der Analysenverfahren. Hier ist der 1885 veröffentlichte "Leitfaden für Eisenhütten-Laboratorien" von A. Ledebur zu nennen, der 1903 bereits in 6. Auflage erschien. In der Folge-

Tab. 2: Beispiel für den Personalstand und die jährlich durchgeführten Bestimmungen eines Eisenhüttenlaboratoriums in der Zeit von 1887 bis 1937.

Jahr	Personalstand	Durchgeführte Bestimmungen/Jahr
1887	5	_
1897	9	75.500
1907	22	142.900
1917	42	259.000
1927	99	450.000
1937	86	413.100



zeit erwies es sich als notwendig, eine zusammenfassende, allgemein anerkannte Darstellung der Analysenverfahren von Eisen und Stahl sowie den dazugehörigen Roh- und Hilfsstoffen zu schaffen. So erfolgte, auf einem Beschluss von 1933 basierend, in den Jahren 1939 und 1941 die Herausgabe der ersten beiden Bände des "Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium" durch den Chemikerausschuss des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute, an der die Dortmunder Laboratorien in wesentlichem Maße beteiligt waren. Die Bände dieses Handbuches haben in den folgenden Jahrzehnten ständige Aktualisierungen erfahren und besitzen heute Normcharakter. Der seit den letzten Jahrzehnten des 19. Jahrhunderts rasant steigende Stahlbedarf und die ständig zunehmende Sortenvielfalt führten zu einem stetigen Anstieg der Analysenaufträge, des analytischen "Schwierigkeitsgrades" und damit des Laboratoriumspersonals, wie die Tabellen 2 und 3 am Beispiel eines Dortmunder Eisenhüttenlaboratoriums belegen.

Während letztere auszugsweise die zunehmende Nutzung verfahrenstechnisch notwendiger und für die Qualitätsentwicklung relevanter analytischer Daten sowie die Ausdehnung des Wirkungskreises beleuchtet, zeigt erstere die Zunahme der jährlich durchzuführenden Analysen in der Zeit von 1887 bis 1937 und die dadurch bedingte Entwicklung des Personalstandes.

An dieser Stelle sollte noch erwähnt werden, dass am Ende des 19. Jahrhunderts das Siemens-Martin-

Tab. 3:
Beispiel für die Ausdehnung des Tätigkeitsfeldes eines Eisenhüttenlaboratoriums (ab 1885) als Folge steigender Anforderungen und technischer Entwicklungen. Im Thomaswerk 1885 und im Martinwerk 1895 wurden die innerhalb von 24 Stunden anfallenden Proben gesammelt, dann zerspant und am Folgetag dem Laboratorium durch Boten zugestellt. Forderung war, dass die Analysenergebnisse bis zum Abend des Folgetages vorlagen. 1913 lag die Analysenzeit von Mangan in Stahl bei 5 bis 8 Minuten; zuvor waren es 30 bis 45 Minuten. 1915 konnte man Kohlenstoff in Stahl in 30 bis 45 Minuten analysieren. Zwei Jahre später waren dafür schon 5 bis 10 Minuten ausreichend.

Jahr	Produktion in	Stoffgruppe	Elemente	Sonstige analytische Aufgaben/Bemerkungen
1885	Thomaswerk	Stahl	Р	
1886	Thomas- schlackenmühle	Thomasmehl	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (gelegentlich)	
1895	Martinwerk	Stahl	C, P, (Mn)	Legierungen, Metalle, Öle, Generatorgas
1896	Hochofenwerk / Kokerei	Erze, Zuschläge, Schlacken Roheisen, Kohlen, Koks	Fe, Mn, Si, Al, Ca, Mg, Cu, Pb, As, S P, C, Si, Mn, P, S, (1 x täglich)	Einführung des Zweischichtbetriebes
1902	Thomaswerk	Stahl	C, Mn (alle Schmelzen)	
1905	Martinwerk	Stahl	Si,Mn	
1910	Thomaswerk Martinwerk	Stahl	S (alle Schmelzen)	Analysenergebnisse von Roheisen, Stahleisen u.ä. innerhalb von 24 Std.
1913		Stahl	Mn	Bestimmung nach Procter-Smith
1915		Stahl	С	Verbesserte kolorimetrische Bestimmung
1917		Stahl	С	Volumetrische Bestimmung nach Verbrennung im O <sub>2</sub> -Strom
1918	Hochofenwerk	Roheisen, Hochofenschlacke, Gichtstaub, Gicht- und Koksofengas	Abstichanalysen 1 x täglich	Einführung des Dreischichtbetriebes
1919	Kokerei Baubetriebe	Teerprodukte, Benzol, Abwässer Baustoffe		Ausweitung des Tätigkeitsbereiches
1920	Stahlwerke Baubetriebe	Metalle und Legierungen aller Art Farben, Lacke		Einrichtung einer Glasbläserei
1925		Stahl, ff-Baustoffe, Metallauflagen Gasanalysen, Korrosionsprüfungen Kohlen, Koks	Ni, Cr, Zr, Blähgrad, Backfähigkeit, Porenraum, Reaktionsfähigkeit	Ringversuche mit anderen Laborato- rien. Statistische Erfassung von Leistungszahlen und Auswertung von Analysenergebnissen.
1930	Elektrostahlwerk	Stahl	V, W, Cu, Ta, Nb, B, Ce	
1932		Stahl	Mo, V	Potentiometrische Verfahren

Verfahren und zu Beginn des 20. Jahrhunderts die Elektrostahlerzeugung neue Herausforderungen für den Analytiker bedeuteten. Schnelligkeit und Präzision der Analysenverfahren wurden immer mehr zu bestimmenden Kriterien. Vor diesem Hintergrund kamen zu den titrimetrischen Arbeitsweisen im Laufe der weiteren Entwicklung kolorimetrische bzw. photometrische, potentiometrische und polarographische Verfahren - letztere vor allem zur Bestimmung von Spurenanteilen - zum routinemäßigen Einsatz. Die Vielfalt der analytischen Möglichkeiten, die zunehmend die zentralen chemischen Laboratorien prägten, führte dazu, dass es bereits in den 30er Jahren kaum noch einen Betrieb in den gemischten Hüttenwerken Dortmunds gab, der nicht die Dienste des chemischen Laboratoriums in Anspruch nahm.

Diese Entwicklung setzte sich in den folgenden Jahrzehnten konsequent in der klaren Erkenntnis fort, dass nur die bessere Kenntnis der Einsatzstoffe und der Prozesse zu besseren Erzeugnissen und zu einer kostensparenden Verwendung von Roh- und Hilfsstoffen führen kann. Als Beispiele, die den Wirkungskreis von den 50er Jahren an charakterisieren und eine ständige Qualifizierung der analytischen Arbeit bedeuteten, sind neben der prozessbegleitenden und

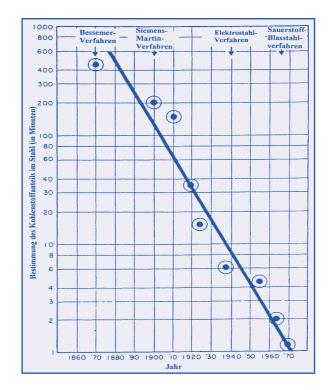
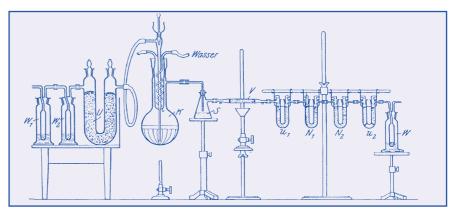


Abb.4: Die historische Entwicklung der Analysenzeit für die Kohlenstoff-Bestimmung im Stahl.

Abb. 5 (unten): Apparatur zur gravimetrischen Bestimmung des Kohlenstoffanteils im Stahl (um 1895).



Tab. 4: Historische Entwicklung der Bestimmung des Kohlenstoffanteils im Stahl.

Jahr der industriellen Einführung	Prüfprinzip	Verfahren	Analysenzeit (min)
1819. Jahrh.	Bruchprobe	Bruch der Probe; visuelle Beurteilung der Bruchfläche	2-3
1870	Kolorimetrie	Lösen in Säure; Vergleich der farbigen Lösung mit der einer bekannten Probe	420-480
1900	Nassoxidation	Lösen in Metallsalzlösg., Verbrennen des Rückstandes; Absorption des CO <sub>2</sub> , Wiegen, Verbrennen, Bestimmen der Gewichtsdifferenz	180-240
1910	"	Oxidation des C mit O <sub>2</sub> ; weiter wie oben	120-180
1920	Verbrennung	Oxidation des C mit O <sub>2</sub> ; Absorption des CO <sub>2</sub> in Lösung, Bestimmen der Gewichtszunahme	90
1925	″	Wie oben; titrimetrische CO <sub>2</sub> -Bestimmung	10-15
1930	Gravimetrie	Wie oben; CO <sub>2</sub> -Absorption in Ascarit, Bestimmen der Gewichtszunahme	5-10
1937	Volumetrie	Wie oben; CO <sub>2</sub> -Volumenmessung	5-7
1955	Konduktometrie	Wie oben; CO <sub>2</sub> -Absorption in Lösung, Messung der elektrischen Leitfähigkeitsänderung der Lösung	4-5
1955	Spektrometrie	Verdampfen und Anregen der Probe im Vakuum, Messung der Lichtintensität einer bestimmten Wellenlänge	1
1963	Thermische Leitfähigkeit	Verbrennung zu CO <sub>2</sub> , Adsorption des CO <sub>2</sub> , Messung der Änderung der thermischen Leitfähigkeit mit Thermistoren	1-2

produktbeschreibenden Roheisenund Stahlanalytik (s. später) zu nen-Die vollständige Analyse, einschließlich der Spurenelementanteile, von Roh- und Zuschlagstoffen sowie von Nebenprodukten der verschiedenen Verfahrensstufen (z. B. Schlacken, Stäube, Schlämme) und die Charakterisierung von Hilfs- und Betriebsstoffen, wie z. B. Brauchwässern, Schmier- und Lösemitteln, Kraft- und Brennstoffen, Bau- und Anstrichmitteln, aber auch von Abgasen und sämtlichen Abwässern im Rahmen der Umwelttechnik (Abb. 3). Hinzu kamen Proben aus dem Bereich der Arbeitssicherheit, der Ergonomie und der Arbeitsmedizin (z. B. Gefahrstoffanalytik).

Die Zielsetzungen der analytischen Untersuchungen im Bereich der Betriebstechnik und der Weiterverarbeitung betrafen dabei z. B. die Effektivität von Gasreinigungs-, Kühl-, Wasseraufbereitungs- und Kläranlagen, die optimierte Fahrweise von Kraftwerksanlagen und Glühereien, die Überwachung von Beiz- und Behandlungsbädern sowie von Oberflächenveredlungsbetrieben oder die Optimierung des Schmiermitteleinsatzes. Mit der verstärkten Untersuchung der gerade skizzierten Stoffpalette (außerdem z. B. Walzöle, Palmfette, Kaltreiniger, Konservierungsmittel. Rostschutz-, Bohrund Schneidöle) fanden Methoden der organischen Analyse wie Gas-, Dünnschicht-, Säulen- und Hochdruckflüssigkeitschromatographie sowie Infrarot- und Massenspektrometrie Eingang in die Laboratorien.

Der Teilbereich Wasseranalytik musste in neuerer Zeit durch seine personelle und instrumentelle Ausstattung in der Lage sein, die den Umweltschutzverordnungen entsprechende Abwasseranalytik nach den zugrunde gelegten DIN-Verfahren auszuführen und wurde durch Zulassungsbescheid des Regierungspräsidenten zur Eigenüberwachung des Abwassergeschehens befugt [5].

In gleichem Maße wurden auch die ständigen Prüfungen des Hochofenkokses umfangreicher, wobei zeitweise sogar petrographische Untersuchungen zur Bewertung herangezogen wurden.

#### Analysen in Minuten-Schnelle

In der Stahlanalytik nimmt der Kohlenstoff, der in besonderer Weise die Eigenschaften sowohl der unlegierten wie der legierten Stähle bestimmt, eine Sonderstellung ein. Die eingangs skizzierte wechselseitige Beeinflussung von Metallurgie und Analytik kann gerade am Beispiel der Bestimmung des Kohlenstoffanteils im Stahl eindrucksvoll erläutert werden (Abb. 4). Die für eine Bestimmung benötigte Zeit konnte als Reaktion auf technische Erfordernisse durch ständige Weiterentwicklungen und durch neue innovative Methoden von mehreren Stunden (Abb. 5) auf wenige Minuten (einschließlich der Probenvorbereitung) verringert werden (Tab. 4). Die gewählte Darstellung schließt bereits das Sauerstoffblasstahlverfahren ein, auf das später noch näher einzugehen sein wird. Analog entwickelte sich die Bestimmung des Schwefelanteils im Stahl. Die minutenschnelle Bestimmung dieser beiden Elemente steht somit am Beginn einer metallurgischen Prozessanalytik.



Abschließend sei noch die Einführung der chemisch-metallkundlichen Analytik in der Mitte der 50er Jahre erwähnt, die einen wesentlichen Beitrag zur Verbesserung des Reinheitsgrades der Stähle leistete, zur Aufklärung von Desoxidationsmechanismen beitrug und Ansätze für die Entwicklung neuer Stahlsorten lieferte. In den 70er Jahren löste die Einführung der Elektronenstrahlmikroanalyse dann schrittweise die chemischen Isoliermethoden und die damit verbundenen spektro- und röntgenographischen Untersuchungen ab. Als Routineverfahren auf dem Gebiet der Phasenanalytik blieben z. B. die Bestimmung der Nitrid- und Oxidphasen im Stahl als Mittel einer weitergehenden Werkstoffcharakterisierung.

(wird fortgesetzt)



Internet:

# Moderierte Adressverzeichnisse kontra Suchmaschinen

Dr. Sven Klaus, CUTEC Clausthaler Umwelttechnik-Institut, Clausthal-Zellerfeld

Die Fehlermeldung "404 - Objekt nicht gefunden" ist bei der Auswertung der Trefferlisten einer Internet-Suchmaschine alles andere als selten. Hinzu kommt, dass sich der Recherchierende oftmals mit einer zahlenmäßig unüberschaubaren Ergebnismenge konfrontiert sieht. Misere oder Chance? Themenbezogene, von Menschenhand gepflegte Internet-Adressverzeichnisse stellen hier eine Alternative dar, deren Aufbau. Vor- und Nachteile an dieser Stelle besprochen werden sollen. Vorgestellt werden Konzepte zur Erstellung solcher Adressverzeichnisse, deren Planung und Umsetzung eines der Aufgabengebiete der CUTEC-Institut GmbH ist.

Nach einer Studie von Steve Lawrence und Lee Giles [1] erfassen die populärsten Internet-Suchma-

schinen nur jeweils einen kleinen Ausschnitt der im world wide web (www) enthaltenen Dokumente. Als Suchmaschine mit dem größten Index kennt Northern Light nur 16 Prozent des gesamten web. Außerdem haben die Indices der Recherchehelfer eine thematische und geographische Schieflage. So indiziert beispielsweise AltaVista bevorzugt amerikanische kommerzielle Internet-Angebote und populäre Seiten, also solche, auf die auch viele andere Angebote verweisen. Darüber hinaus sind die Informationen, die Suchmaschinen anbieten, häufig veraltet, da durchschnittlich sechs Monate zwischen der Veröffentlichung einer Seite und ihrer Indizierung in einer Suchmaschine vergehen.

Wie Abb. 1 zeigt, haben nur etwa sechs Prozent der erfassten Seiten einen wissenschaftlichen Inhalt, weshalb sie als Recherchequelle für Chemiker zumindest als fragwürdig erscheinen. Die Verteilung der erfassten Inhalte entspricht offensichtlich nicht der im Internet tatsächlich vorliegen-

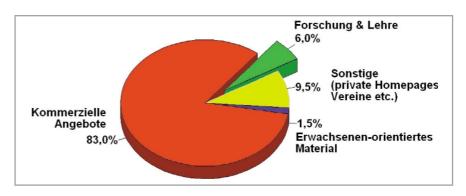


Abb. 1: Anteile der von Internet-Suchmaschinen erfassten world wide web-Seiten. Quelle: [1].

den. Den umfassenden Datenbestand, den die Suchmaschinen anpreisen, haben sie jedenfalls definitiv nicht.

#### Suchmaschinen

Internet-Suchmaschinen sind für die Volltextsuche über Titel und Inhalt von www-Dokumenten konzipiert, die im Vorfeld durch eine Software (den Robots) indiziert wurden. Die Syntax für diese Abfragen ist von Suchmaschine zu Suchmaschine unterschiedlich, aber alle Mechanismen über die verfeinerte Detailsuche bis hin zur Software-generierten Synonymliste können nichts daran ändern, dass die Suchmaschinen nur für Recherchen mit (sehr) wenigen

Suchworten ausgelegt sind. Für die weiteren Betrachtungen wurden zwei populäre Suchmaschinen ausgesucht: AltaVista indiziert weltweit und versucht über Buchstabenhäufigkeiten Sprachen zu unterscheiden [2]. Fireball hingegen indiziert deutschsprachige Seiten [3].

Über zwei Drittel aller Suchanfragen bestehen nach [1] aus nur einem Suchwort. Das frustrierende Gefühl, als Anwender entweder gar keine Verweise oder unüberschaubare Mengen davon zu erhalten, wird schnell deutlich, wenn man z. B. nach dem Wort "Umwelt" sucht. Über einen Zeitraum von mehr als drei Jahren wurden mit Hilfe der genannten Suchmaschinen die in Tabel-

Suche nach Wort: "Umwelt"	30.09.98	30.09.99	30.01.01
AltaVista	379.190	832.057	774.850
Fireball	167.854	298.908	318.786

Tab. 1 (oben):
Recherche nach dem Wort "Umwelt"
Tab. 2 (unten):
Recherche nach dem Wortanfang "Umwelt..."

Suche nach dem Wortanfang "Umwelt…"	30.09.99	30.01.01
AltaVista	1.050.156	1.001.530
Fireball	312.923	341.148



AUFSÄTZE

Tab. 4: Anzahl der Dokumente, die ausschließlich über das Wort "Kunstoff" indiziert wurden.

le 1 aufgelisteten Trefferanzahlen ermittelt. Die Tabelle zeigt einen Zuwachs an Verweisen von 78 (Fireball) bzw. 119 Prozent (AltaVista) in nur einem Jahr, nämlich zwischen 1998 und 1999! Hingegen kann man bei AltaVista im Jahr 2001 eine Verringerung der Trefferanzahl beobachten, die mit einer durchgeführten Datenbankbereinigung zusammenhängen dürfte.

Die hohe Anzahl von Verweisen kann niemand vollständig sichten. Dabei war hier nur nach dem kompletten Wort "Umwelt" gesucht worden; wenn man alle Wortanfänge "Umwelt…" noch hinzunimmt, ergeben sich die in Tabelle 2 gezeigten Werte.

Da die Suchmaschinen ausschließlich Software-gestützt indizieren, drängt sich die Frage nach der Behandlung von Eingabefehlern auf. In Tabelle 3 finden sich die Trefferanzahlen für die Untersuchung der Kombination "Kunststoff"/"Kunstoff" (jeweils als ganzes Wort). Gerade im Jahr 2001 fällt der sprunghafte Anstieg der fehlerhaften Schreibweise "Kunstoff" bei beiden Suchmaschinen auf. Sortiert wird die Ausgabe häufig nach Relevanz. Wie und woraus sich diese Relevanz ergibt, bleibt aber fast immer unklar. Viele Suchmaschinen verwenden die Anzahl des Vorkommens der Suchworte, andere das Erstellungsdatum. In der am 30.09.98 über Fireball durchgeführten Recherche nach dem Wort "Kunststoff" war der erste Treffer nach Relevanz ein Verweis auf die Internet-Präsenz von Mani's Airbrush Studio.

Die Anzahl der Dokumente, die über das fehlerhafte Wort "Kunstoff" indiziert werden, liegt bei etwa ein bis zwei Prozent und wächst scheinbar überproportional zur Anzahl der Dokumente, die über das Wort "Kunststoff" Eingang in den Datenbestand finden. In einem letzten Test, dessen Ergebnisse in Tabelle 4 dargestellt sind, werden Dokumente gesucht, die das komplette Wort "Kunstoff", nicht jedoch "Kunststoff" enthalten. Mit anderen Worten: In Fireball können 1698 Dokumente - in AltaVista sogar 2660 Dokumente - mit dem Suchwort "Kunststoff" nicht aufgefunden werden, obwohl sie das Wort, wenn auch falsch geschrieben, enthalten. An dieser Stelle hat man unwillkürlich ein Bild von riesigen Datenmüll-Bergen vor dem geistigen Auge. Ist "Kunststoff" das einzige Suchwort, könnten diese Dokumente niemals erschlossen werden, obwohl sie in die Verweisdatenbank aufgenommen wurden.

#### Alternative: Themenbezogenes Adressverzeichnis

Bereits als der Bildschirmtext (BTX; heute T-Online) der Post (heute der Deutschen Telekom AG) Mitte bis Ende der Achtzigerjahre an Popularität durch die Öffnung des Systems für den heimischen PC gewann, entstand eine neuartige elektronische Dienstleistung: der Link-Container. Diese moderierten Adressverzeichnisse sammelten zu einem bestimmten Themenbereich, wie etwa Computersoftware, die Aufrufadressen anderer Anbieter im BTX. Der Aufruf dieser Containerseiten war u. U. ebenfalls kostenpflichtig und finanzierte so das Angebot und die Pflege. Dafür wurde in der Regel keine Garantie dafür übernommen, dass die Verweise zu noch existierenden Dokumenten führen.

Doch wo findet ein Chemiker den Einstiegspunkt in ein themenbezogenes Adressverzeichnis? Eine sehr gute Zusammenstellung für den Analytiker findet sich in

[4]. Im weiteren soll ein kurzer Blick auf die Angebote von Analytik.de [5] und Chemie.de [6] geworfen werden. Diese beiden wurden zur Betrachtung ausgewählt, da sie ihre Inhalte, also die Verweise auf andere Angebote im world wide web, auch hierarchisch kategorisiert anbieten.

Das Angebot von Analytik.de bietet seine Verweise in einer Hierarchie aus zwei festen Ebenen an. Bei mehr als 600 Verweisen zum Thema Laboratorien (Stand: Januar 2001) wird die Liste auf dem Bildschirm allerdings schnell unüberschaubar. Die Möglichkeit, Wörter aus dem Hierarchiebaum für eine Suche zu verketten, besteht nicht. Neben dem üblichen Branchenbuch kommerzieller Leistungsanbieter wird das Angebot durch eine Liste mit Adressen von Behörden und Verbänden aufgewertet.

Chemie.de ist der größere Anbieter und bietet seit Anfang des Jahres 1999 sogar eine Patentdatenbank mit den Kenndaten und dem Rechtsstand ausgewählter Patentschriften an. Das hierarchische Angebot ist leider nur eindimensional, d. h. eine Verknüpfung etwa von Analyt mit Matrix ist nicht möglich. Dafür ist der Hierarchiebaum bis zu fünf Ebenen tief und wird bei Bedarf erweitert. So wird verhindert, dass sich auf einer Ebene unübersichtlich viele Verweise sammeln. Jedem aufgenommenen Dokument können aber mehrere Einträge im Hierarchiebaum zugewiesen werden. Dies wird genutzt, um auf jedem Knoten in der Hierarchie, auf dem sich der Benutzer befindet, eine Verknüpfung (logisches UND) mit anderen Knoten zu ermöglichen. Außer dem Hinweis, dass Chemie.de vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) und dem Deutschen Forschungsnetz (DFN) Verein unterstützt wird, findet man im www leider keine Hinweise darauf, wer die Datenpflege konkret übernimmt. Ein optional zu bestellender

Tab. 3: Suche mit Rechtschreibfehlern behaftetem Wort.

	30.09.98	Kunststoff 30.09.99	30.01.01	30.09.98	Kunstoff 30.09.99	30.01.01
AltaVista	107.880	136.960	169.725	902	1.539	3.395
Fireball	26.821	33.627	58.312	657	886	2.254

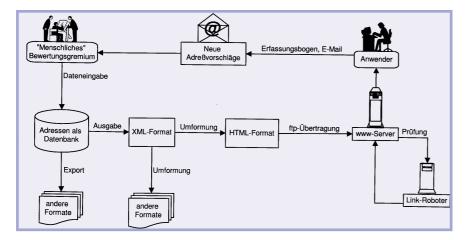


Abb. 2: Schaltbild eines moderierten Internet-Adressverzeichnisses.

Newsletter informiert in regelmäßigen Abständen via E-Mail über die Aufnahme neuer Verweise und anderer Neuigkeiten aus dem jeweiligen Themenbereich.

Allgemein gilt für fast alle Container-Angebote, dass sie von einer Redaktion moderiert sind. In der Regel ist damit eine www-Seite, die dem System online bekannt gemacht wurde, vor der Aufnahme in den Datenbestand noch einmal auf Existenz und Themenbezug geprüft worden. Ob eine derartige Kontrolle auch periodisch über die bestehenden Verweise erfolgt, ist meistens nicht bekannt, aber aus Kostengründen und eigenen Erfahrungen eher fraglich. Grundsätzlich wird auch eine Volltextsuche, bezogen auf den Titel und die kurze Zusammenfassung - nicht auf den Volltext des referenzierten www-Dokumentes - angeboten.

#### Eigenes Adressverzeichnis im Netz

Bedingt durch das Datenvolumen im Internet und den moderierten Charakter der Angebote ist offensichtlich, dass der Datenbestand niemals Anspruch auf Vollständigkeit erheben kann. Die Problematik liegt jedoch noch tiefer. Fast alle Angebote (auch Chemie.de) finanzieren sich zumindest teilweise durch Werbung, da man im Internet ja nicht pauschal für das Abrufen von Seiten Geld verlangen kann. Erkennbar wird dies durch die inzwischen bekannten Bannereinblendungen und simpler Werbung in den Newslettern. Inwieweit nimmt ein Sponsor aber Einfluss auf die Neuaufnahme von Verweisen in den Datenbestand? Werden bei einer Volltextsuche die Dokumente eines zahlenden Sponsors bevorzugt? Das heißt, haben diese Dokumente einen vermeintlich höheren Relevanzwert und werden dadurch früher in der Liste der gefundenen Treffer ausgegeben? Enthält eine Suchanfrage der Internet-Suchmaschine AltaVista beispielsweise die Zeichenkette "car", bekommt man automatisch auf der Ergebnisseite Werbung der Fa. Sixt Budget präsentiert. Üblicherweise wird nicht offen dargelegt, wie nun genau Verweise für den Datenbestand selektiert und ggf. bewertet werden, was die Transparenz für den Anwender nicht gerade erhöht. Missbrauch wird von unabhängigen Beobachtern des Internet bei einigen Anbietern befürchtet [7], ist aber so gut wie nicht nachzuweisen. Dem Anwender kann allerdings nur geraten werden, die Ergebnisse einer solchen Recherche gegen andere Datenbestände abzugleichen und gründlich zu prüfen.

Im Laufe der Arbeit mit dem world wide web sammelt man wertvolle Adressen und speichert sie – ausschließlich für die eigene Verwendung – in Form von Bookmarks bzw. Internet-Favoriten ab. Was jedoch spricht dagegen, sein eigenes Adressverzeichnis in's Internet zu stellen und zu pflegen? Die Vorteile liegen auf der Hand:

Globale Verfügbarkeit: Ob auf Dienstreise, im Büro oder zu Hause, überall sind die Internet-Adressen – einen Internet-Anschluss vorausgesetzt – verfügbar. Der Nutzen der gesamten Sammlung kann bei Bedarf problemlos durch Weitergabe nur einer einzigen Internet-Adresse auf Mitarbeiter ausgedehnt werden. Ein gut gepflegtes Adressverzeichnis als Serviceleistung hilft Firmen, neue Kunden zu gewinnen und darüber hinaus den bereits bestehenden Kundenstamm zu binden.

Universelles Format: www-Seiten werden als Hypertext Markup Language (HTML) abgelegt. Neben spezieller Software können auch Office-Pakete dieses Format schreiben; außerdem gibt es kostenlose Editoren für HTML im Internet. Einmal erstellte Seiten können nicht nur im Internet platziert werden, sondern auch problemlos auf einer Diskette oder CD-Rom weitergegeben werden. Der zur Betrachtung notwendige Browser wird heute bei fast allen gängigen Betriebssystemen gleich mitinstalliert.

Einfacher Einstieg: Der Internet-Anschluss ist eine zwingende Voraussetzung. Die Bookmark-Liste des Netscape Communicators liegt gebrauchsfertig als HTML-Datei vor (bookmark.html). Den für die Ablage der Seiten im Internet notwendigen webspace kann man inzwischen ebenfalls kostenlos erhalten. Ein Adressverzeichnis im Internet ist so binnen einer Stunde "im Eigenbau" realisiert.

#### Konzeption eines Adressverzeichnisses

Spätestens ab einer gewissen Anzahl von Verweisen bietet sich eine Unterteilung der Adressen in Sachgebiete an. Der Nutzen der reinen Adressangabe kann noch wesentlich durch eine kurze Inhaltsangabe des Angebots, evtl. einer (subjektiven) Bewertung in Textform, erweitert werden. In diesem Falle sollten im Dienste der Übersichtlichkeit allerdings pro www-Seite nicht mehr als 5-10 Adressen diskutiert werden. Wächst der Datenbestand weiter, besteht der nächste Schritt darin, die Verweise in eine Datenbank zu überführen. Auf diese Weise entsteht aus einer Bookmark-Liste das in Abb. 2 dargestellte Konzept. Startpunkt ist die Datenbank mit den Internet-Adressen. Diese werden ausgegeben im Extensible-Markup-Language(XML)-Format, welches eine Zwischenstufe für eine Konvertierung in das eigentliche HTML-Format darstellt. XML dient somit nicht nur als Meta-Beschreibungssprache, sondern als Bindeglied zwischen einer Datenbank und dem HTML-Format. Die schließlich resultierenden www-Seiten werden in das Internet gestellt. Eine Software, der so genannte Link-Roboter, prüft periodisch, ob alle angegebenen Internet-Adressen auf noch existente Seiten verweisen. Der Anwender kann dieses Angebot nutzen, aber sich auch aktiv durch Vorschläge beteiligen. Das Bewertungsgremium prüft und bewertet neu

aufzunehmende Adressen und ergänzt so den Datenbestand. Die turnusmäßige komplette Sichtung des bereits vorhandenen Datenmaterials auf Veränderungen der jeweiligen Angebote ist ebenso Aufgabe dieses Gremiums.

Um das Konzept aus Abb. 2 mit Leben zu füllen, entstand während der Arbeiten an diesem Artikel ein nicht-kommerzielles, moderiertes Adressverzeichnis für das Fachgebiet der Analytischen Chemie, der Analytik-Kompass[8]. Unter http://www. schickpage.de/analytik oder in.germany.com/ascania/analytik (Abb. 3) werden seitdem Internet-Adressen für die Bereiche Recherchen in Literatur und Gesetzestexten, Methoden, Suchmaschinen und Sonstiges, gesammelt. Die Anzahl der Verweise ist noch, gemessen an Angeboten wie denen von Analytik.de oder Chemie.de, gering. Die etwas ausführlichere Kommentierung bietet dafür dem Anwender eine bessere Information darüber, was sich hinter dem Adressverweis verbirgt. Der Analytik-Kompass dient einerseits zur Demonstration für die Beratungs- und Dienstleistungen im EDV-Sektor der CUTEC-Institut GmbH, andererseits wird das Angebot an Adressen ständig geprüft und ergänzt.

Die Kenntnisse und Erfahrungen anderer Anwender im Hinblick auf neue Internet-Adressen darf keinesfalls unterschätzt werden. Es empfiehlt sich daher die Gestaltung eines Erfassungsbogens für Vorschläge von Adressen, die neu aufgenommen

werden sollen. Einen derartigen Bogen kann man z. B. im Portable Document Format (PDF) ins Netz stellen, oder die notwendigen Angaben direkt über ein wwwbasiertes Formular eingeben lassen. Die Nennung einer E-Mail-Adresse für Anregungen, Kritik und Fehlermeldungen, etwa bei nicht mehr vorhandenen Angeboten, ist ebenfalls obligatorisch. Eine Volltextsuche-Funktion über alle Seiten des Adressverzeichnisses kann das Wiederauffinden eines bestimmten Verweises wesentlich vereinfachen. Vorgefertige Lösungen für HTML-Seiten sind im Internet erhältlich, einige sogar kostenlos.

#### Fazit

Als allgemeine Kritikpunkte aller Software-indizierter Internet-Suchmaschinen kann man aufführen:

#### • Relevanz:

Wie wird die Relevanz eines Dokumentes einerseits beim Indizieren und andererseits bei der Abfrage ermittelt? Nur die wenigsten Suchmaschinen geben hierüber Auskunft oder lassen den Benutzer darauf Einfluss nehmen.

#### • Verfügbarkeit:

Nach der einmaligen Indizierung findet anscheinend nur in sehr langen Intervallen (sofern überhaupt) auch eine Überprüfung statt, ob die indizierte Seite unter der gespeicherten Adresse noch existiert.

• Aktualität:

Auf Grund geringerer Netzkapazitäten



lassen viele deutsche world wide web-Hostbetreiber die Software-Roboter erst gar nicht durchsuchen. Außerdem werden einmal indizierte Seiten anscheinend nie wieder neu bewertet.

Bei den moderierten Adressverzeichnissen fallen die Ergebnisse nach [9, 10] befriedigender aus. Diese alternativen Suchmaschinen, bei denen die Verweise von Menschen katalogisiert werden, haben dafür aufwandsbedingt einen geringeren Datenbestand.

Bei den Untersuchungen für diesen Artikel ergaben sich aber auch durchaus humoristische Momente. Die Internet-Suchmaschine AltaVista bietet seit einiger Zeit einen Übersetzungsservice für gefundene Internetseiten in das oder vom Englischen an. Der Übersetzungsalgorithmus ist allerdings ebenfalls rein wortbasiert und ignoriert jegliche weiteren semantischen Merkmale. So kam es bei einem Test im Jahre 1999 mit einem www-Dokument aus dem Themenbereich der Chemie zur Übersetzung der Abkürzung "PAK" in die Formulierung "anti tank gun" (Panzer-Abwehr-Kanone).

#### Abb. 3: Aufbau der www-Seiten.



#### Literatur

- [1] Lawrence, S.; Giles, L., Accessibility and Distribution of Information on the web, [Online] URL: http://www.wwwmetrics.com.
- [2] AltaVista, [Online] URL: http://www.altavista.com.
- [3] Fireball Express Suche, [Online] URL http://www.fireball.de.
- [4] Beyer, T.; Klinkner, R.; Roth, A., Das Internet als Informationsquelle f
  ür den Analytiker, Analytiker-Taschenbuch Band 20, Berlin: Springer, 1999: 291-307.
- [5] Klinkner & Partner GmbH, Analytik.de die Adresse für den Analytiker, [Online] URL: http://www.analytik.de.
- [6] Chemie.de der Chemie-Informationsservice, [Online] URL: http://www.chemie.de.
- [7] Bager, J., Navigationshilfen. Websites finden, Bookmarks verwalten, c't, Heft 13, 1999: 116-121.
- [8] Der Analytik-Kompass, [Online] URL: http://www.schickpage.de/analytik oder http://in.germany.com/ascania/analytik.
- [9] Klaus, S., Hierarchische Begriffsstrukturen zur Informationsklassifikation für Recherchestrategien in der angewandten Analytik, Dissertation, Technische Universität Clausthal, 2000.
- [10] Kaltschmidt, H.; Poschmann, A., Info-Fischer im web. 16 web-Suchdienste im Test; PC Online, Oktober 1999: 30-34.

# Akkreditierung und Qualitätsmanagement im Labor

Dr. Roman Klinkner, Klinkner und Partner GmbH, Saarbrücken

In Chemie und Labor ist der Nachweis eines Qualitätsmanagementsystems bereits zur Standardanforderung geworden. Allerdings ist die Situation für Laboratorien besonders schwierig, da es unterschiedliche QM-Regelwerke gibt und viele Laboratorien aufgrund der Anforderungen von Kunden oder Behörden oftmals mehrere davon gleichzeitig berücksichtigen müssen. Im vorliegenden Artikel werden solche QM-Regelwerke vorgestellt und gegeneinander abgegrenzt.

Historie, Anwendungsbereich und Zielsetzung von QM-Systemen sind durchaus unterschiedlich. Gemeinsam ist ihnen allen, dass ein nach vorgegebenen Regeln strukturiertes und dokumentiertes System durch einen unabhängigen Dritten (weder durch das Labor selbst noch durch einen Kunden) überprüft und das Ergebnis (im Erfolgsfall) durch ein Zertifikat bzw. eine Urkunde bestätigt wird.

Jedes Qualitätsmanagement-System funktioniert also nach einer einfachen Faustregel: Beschreibe in Dokumenten, was Du tust und tue es so, wie Du es beschrieben hast - natürlich im Einklang mit den oftmals allgemein formulierten Forderungen des entsprechenden Regelwerkes. Die Erstellung der QM-Dokumentation ist deshalb ein wesentlicher Schritt – oftmals der arbeitsaufwendigste – des gesamten Qualitätsmanagement-Projektes.

Die wichtigsten Qualitätsmanagementsysteme bzw. Qualitätsregelwerke sind:

- die Akkreditierung nach ISO 17025, zuvor EN 45001
- die Zertifizierung nach ISO 9000
- die Gute Laborpraxis (GLP)
- sowie die GMP (Good Manufacturing Practice, Gute Herstellpraxis).

QM-Systeme entstanden ursprünglich in großen, stark arbeitsteiligen Organisationen. Je kleiner das Unternehmen wird, desto weniger Nutzen bringt das QM-System im Regelfall und desto höher wird der Aufwand in Relation zum Umsatz. Das ist gerade für Laboratorien ein großes Problem, da diese ja meist kleine Einheiten sind. Wenn dann beispielsweise GLP- und Akkreditierungsforderungen gleichzeitig zu erfüllen sind, kann das enorme wirtschaftliche Folgen haben.

#### Systeme für Produktion und/oder Labor

Das älteste und am weitesten verbreitete System ist die Zertfizierung nach ISO 9001; sie ist auf alle nur denkbaren Unternehmen und Organisationen anwendbar (egal ob sie materielle Produkte herstellen oder Dienstleistungen erbringen) im Gegensatz zur GMP, die speziell für die pharmazeutische Industrie gilt. Beide Systeme betrachten zunächst den Produktionsprozess und schließen die Arbeit im Labor mit ein.

Demgegenüber sind Akkreditierung und GLP ausschließlich auf Labortätigkeiten und nicht auf die Produktion materieller Güter anwendbar. Während die GLP insbesondere für Studien längerer Dauer im F&E Bereich entwickelt wurde, geht die Akkreditierung meist von standardisierten oder zumindest dokumentierten Prüfverfahren aus. Allerdings sind auch reine Forschungsbereiche akkreditierbar und reine Routineanalytik kann auch unter GLP betrieben werden.

Bei GLP und GMP schreiben Gesetze und Verordnungen (Chemikaliengesetz, Arzneimittelgesetz...) genau vor, wann ein Labor welchen Forderungen zu entsprechen hat. Man spricht daher auch vom (gesetzlich) geregelten Bereich.

Demgegenüber ist die Entscheidung für eine Akkreditierung oder Zertifizierung "freiwillig" – soweit man bei der Befriedigung von Kunden- bzw. Marktforderungen von freiwillig reden kann. Jedenfalls werden beide (in der Regel) nicht durch gesetzliche Vorgaben erzwungen.

#### Akkreditierung

Häufig ist der Unterschied zwischen Akkreditierung und Zertifizierung nicht klar. Deshalb die Definitionen:

Produktion	GMP	ISO 9001
Labor	GLP	ISO 17025 / EN 45 001
	gesetzlich	gesetzlich
	geregelter	nicht geregelter
	Bereich	Bereich

Abb. 1: Übersicht der wichtigsten Qualitätsregelwerke.



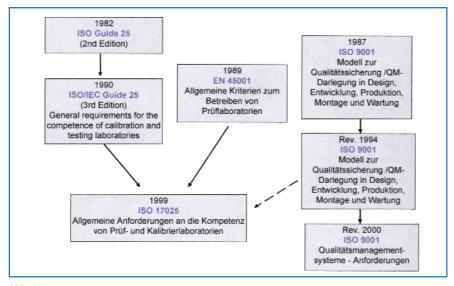


Abb. 2: Historische Entwicklung der QM-Normen.

Akkreditierung ist die formelle Anerkennung der Kompetenz einer Stelle (z. B. eines Prüflabors), bestimmte Aufgaben (z. B. Prüfungen) durchzuführen. So kann sich z. B. ein analytisches Labor von einer Akkreditierungsstelle bei Einhaltung der Norm ISO 17025 akkreditieren lassen.

Übrigens müssen sich auch Akkreditierungsstellen und Zertifizierungsstellen innerhalb des deutschen Akkreditierungsrates (DAR) akkreditieren lassen, bevor sie tätig werden können.

Zertifizierung ist der durch eine unabhängigen Dritten erbrachte Nachweis der Übereinstimmung mit einer Norm (Konformitätsprüfung).

So lassen sich viele Unternehmen nach ISO 9001 zertifizieren, d. h. bestätigen, dass sie ein Qualitätsmanagement-System entsprechend den Vorgaben dieser Norm betreiben. Neben QM-Systemen können in Europa auch Produkte und Personal zertifiziert werden.

Die Zertifizierung eines QM-Systems beinhaltet ausdrücklich nicht die Zertifizierung der Produkte einer Organisation oder Firma, sondern macht nur eine Aussage zum QM-System. Dies wird leider oft missverstanden.

Im Gegensatz dazu umfasst die Akkreditierung eines Labors nicht nur die Prüfung des QM-Systems, sondern auch der (immateriellen) Produkte wie Prüfergebnisse bzw. Prüfberichte. Die Akkreditierung basiert daher auf dem Nachweis

- 1. eines QM-Systems (analog zur ISO 9000)
- 2. der technischen Kompetenz zur Durchführung der jeweiligen Prüfungen.

Gegenüber der Zertifizierung bietet die Akkreditierung den Vorteil, dass die fachliche und technische Kompetenz von Experten für die jeweiligen Prüfgebiete sozusagen am Labortisch überprüft wird. Eine Akkreditierung ist daher für einen Auftraggeber ein viel wirksamerer Beweis für die Kompetenz des Labors als eine Zertifizierung.

Die Akkreditierung will damit gewährleisten, dass Prüfergebnisse ausreichend genau und international vergleichbar sind, damit eine gegenseitige Anerkennung von Prüfungen und Zertifikaten erfolgen kann und sich Mehrfachprüfungen vermeiden lassen. Die Akkreditierung ist auf routinemäßig durchgeführte Kurzzeitprüfungen am besten anwendbar. Qualitätssichernde Maßnahmen wie Kalibrierung und Validierung von Prüfverfahren, das Führen von Qualitätsregelkarten und die Teilnahme an Laborvergleichsversuchen sind wichtige Forderungen.

Während die Zertifizierung nach ISO 9000 pauschal für ein Unternehmen oder eine Unternehmenseinheit gilt, ist die Aussage, dass ein Prüflabor akkreditiert ist (Syntheselabors können sich nicht akkreditieren lassen), nur sinnvoll zusammen mit der Angabe, für welche Prüfungen die Akkreditierung ausgesprochen wurde.

In der Vergangenheit war die Euronorm EN 45001 die Grundlage für die Laborakkreditierung. Diese ist nun abgelöst worden durch die internationale Norm ISO 17025, so dass binnen der nächsten zwei Jahre alle QM-Systeme auf die neue Norm ausgerichtet werden müssen. Die Forderungen der ISO 17025 gehen über die der EN 45001 hinaus, es kommt also wieder einmal Mehrarbeit auf die Labors zu.

Von Vorteil ist aber, dass eine Akkreditierung nach der neuen Norm alle für ein Labor relevanten Forderungen der ISO 9000 ebenfalls berücksichtigt, da alle relevanten Anforderungen der ISO 9001 in der ISO 17025 berücksichtigt worden sind.

Gegenüber der GLP hat die Akkreditierung den Vorteil, dass sie für Prüftätigkeiten maßgeschneidert ist und flexibler auf die Bedürfnisse Laboratorien zugeschnitten der werden kann. Außerdem kann sich jedes Labor von der entsprechenden Akkreditierungsstelle überprüfen lassen (gesetzlich nicht geregelter Bereich), während bei der GLP der Nachweis eines "berechtigten Interesses" Grundvoraussetzung für die behördliche Überprüfung ist. All dies sind Gründe dafür, dass die Anzahl akkreditierter Laboratorien (ca. 1500) die Zahl der GLP-zugelassenen (ca. 200) in Deutschland bereits deutlich übersteigt.

#### Zertifizierung nach ISO 9001

Die Zertifizierung nach ISO 9001 ist im Bewusstsein der breiten Öffentlichkeit der Nachweis eines QM-Systems überhaupt, was auch die hohe Zahl der zertifizierten Unternehmen bzw. Unternehmensbereiche allein in Deutschland verdeutlicht. Die ISO 9000 ff ist so universell gestaltet, dass sie auch auf Dienstleister wie z. B. ein Labor angewendet werden kann. Dennoch sollte sie für Prüflaboratorien nicht unbedingt die erste Wahl sein, denn sie beinhaltet – wie weiter oben erläutert – nicht die Überprüfung und

## Internetadressen zum Thema QM

#### http://www.analytik.de/

Qualitätsmanagement im analytischen Labor mit den Rubriken: Akkreditierung, Validierung, Messunsicherheit, SOPs, GLP, GMP und Zertifizierung

#### http://www.dar.bam.de/

Umfangreiche Informations- und Dokumentsammlung, Datenbanken, Auflistungen usw. des Deutschen Akkreditierungsrates. Sehr informativ und aktuell

#### http://www.bam.de/a\_s/iris/

Internet-Ringversuchs-Informations-System (IRIS): Datenbank der BAM mit über 100 Ringversuchsangeboten aus Deutschland, Österreich und der Schweiz

#### http://www.dgq.de

Informationen rund um die Deutsche Gesellschaft für Qualität - u.a. Titel der DGQ-Schriftenreihen, Adressen der DGQ-Regionalkreise, Termine von Seminaren und Lehrgängen

#### http://www.analytik.de/Qualitaetsmanagement/SOPs/index. html

Zwölf Labor-SOPs als pdf-Files zum kostenlosen Download

Bestätigung der technischen und fachlichen Kompetenz des Labors für bestimmte Prüftätigkeiten, wie dies bei der Akkreditierung nach ISO 17025 der Fall ist. Dementsprechend sieht das "globale Konzept für Zertifizierung und Prüfung" der EU die Zertifizierung für einen Produzenten im Binnenmarkt und die Prüfung seines Produktes auf Spezifikationseinhaltung in einem akkreditierten Prüflabor vor. Für Laboratorien, die in zertifizierte Unternehmen eingebunden sind, ist die Erfüllung der für sie relevanten QM-Elemente der ISO 9001 bzw. 9002 natürlich zwingend.

Eine Zertifizierung bringt Unternehmen ab einer bestimmten Größe den höchsten Nutzen, da oftmals Defizite an Schnittstellen erkannt und beseitigt werden können. Es hat sich aber mittlerweile ein scharfer Preiswettbewerb im Zertifizierungsmarkt eingestellt, und es sind immer mehr kritische Stimmen zu hören.

Die ISO 9001 stellt das Bemühen um die Qualität der Produkte und Dienstleistungen in den "Dienst des Kunden" unter Berücksichtigung der Wirtschaftlichkeit. Das setzt voraus, dass man die Wünsche und Anforderungen der Kunden genau analysiert und mit geplanten Maßnahmen das Ziel der Kundenzufriedenheit erreichen will.

Die Anzahl der nach ISO 9001 ff zertifizierten Unternehmen oder Unternehmensbereiche übersteigt die der GLP-zugelassenen oder akkreditierten Laboratorien mindestens um den Faktor 10. Daher wird in Unkenntnis anderer Systeme (wie z. B. Akkreditierung) von Auftraggeberseite gelegentlich eine Zertifizierung des Auftragslabors verlangt. Im Sinne des globalen Konzepts der EU zur Zertifizierung und Akkreditierung in Europa ist für Prüflaboratorien aber die Akkreditierung zu empfehlen. Nichtsdestotrotz steht es jedem Labor frei - schließlich handelt es sich um den (gesetzlich) nicht geregelten Bereich - eine Zertifizierung z. B. nach ISO 9001 anzustreben.

Dabei sind zwei Fälle zu unterscheiden: **A:** Das Labor wird als eingebundener Unternehmensteil zusammen mit dem Gesamtunternehmen (Bsp. Kosmetika-Produzent) zertifiziert.

**B:** Das Labor wird als eigenständiger Bereich (profit center oder freies Labor) zertifiziert.

Im Fall A ist das verkaufte Produkt das materielle Produkt des Gesamtunternehmens (im Beispiel also kosmetische Produkte), im Fall B jedoch die analytische Dienstleistung. Daraus ergeben sich völlig andere Interpretationen der Qualitätsforderungen der ISO 9000. Beispielsweise beziehen sich die Forderungen zur "Entwicklung neuer Produkte" im Fall A auf neu zu entwickelnde Kosmetika, im Fall B jedoch auf neu zu entwickelnde Analysenverfahren. Von einem eigenständigen QM-System des Labors kann daher nur im Fall B gesprochen werden.

Seit wenigen Monaten liegt die 2000er Revision der ISO 9000 vor, in der die Prozessorientierung die alte Elementorientierung ablöst. Daher sind viele Unternehmen zur Zeit dabei, ihre QM-Systeme umzustrukturieren. Die neue ISO 9000 (2000) wurde übrigens in der ISO 17025 noch nicht berücksichtigt, so dass abzuwarten bleibt, ob bzw. wann auch die Akkreditierungsnorm eine prozessorientierte Revision erfährt.

#### Gute Laborpraxis – GLP

Die Good Laboratory Practice entstand in den Siebzigerjahren in den USA. Der Anlass waren Unregelmäßigkeiten bei der Ermittlung toxikologischer Labordaten, die die Food and Drug Administration (FDA) im Zusammenhang mit einer Anmeldung eines pharmazeutischen Produktes aufdeckte. Damals wurde sich die amerikanische Öffentlichkeit darüber bewusst, dass blindes Vertrauen in die Zuverlässigkeit eingereichter Daten und Ergebnisse nicht ausreicht, wenn möglicherweise massive wirtschaftliche Interessen im Spiel sind. Außerdem wurde klar, dass eine gerichtsverwertbare Rekonstruktion der Entscheidungsabläufe wegen unklarer Verantwortlichkeiten und schlechter Dokumentation nicht möglich war.

# GLB-MEMORY

Die CLB-Beilage für Ausbildung in Chemie, Labortechnik, Chemietechnik, Biologie und Biotechnik Redaktion: R. Ellmer, Postfach 1247, 58207 Schwerte

März 2001

#### Differenzierung der Leukozyten. Teil 2: Differentialblutbild

Friedhelm Keller, Remscheid

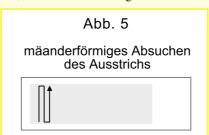
Die prozentuale Verteilung der verschiedenen Leukozytenformen im peripheren Blut kann von diagnostischer Bedeutung sein. Um diese Verteilung kennenzulernen, führt man die Leukozytendifferenzierungen an gefärbten Blutausstrichen durch. Dazu müssen wenigstens 100 Leukozyten einzeln daraufhin mikroskopisch untersucht werden, welcher Zellform sie aufgrund ihrer zytomorphologischen und färberischen Eigenschaften zugeordnet werden können. Wie das Ausstreichen und Färben, so wird auch das Differenzieren in Routinelabors mit Automaten durchgeführt, wir erklären hier das klassische Verfahren. Die Normalwerte eines erwachsenen Menschen werden in der Literatur mit den Zahlen wie in Tab. 1 angegeben.

#### Geräte

Mikroskop mit den Objektiven 40:1 und 100:1 (Ölimmersion) gefärbte Blutausstriche Immersionsöl

## Kriterien für die Entscheidungen bei der Leukozytendifferenzierung

Wenn man erstmals einen gefärbten Blutausstrich betrachtet, fallen einem zunächst die Erythrozyten auf, die die große Masse der Zellen darstellen. Es sind runde, kernlose Zellen, die rötlich erscheinen. Ihre Randzone ist etwas dunkler als der mittlere Bereich und ihr Durchmesser beträgt ca. 7 µm. Leukozyten erkennt man daran, dass sie größer sind als die Erythrozyten und dass sie einen deutlich erkennbaren Kern haben. Größe der Zelle. Form des Kerns und Färbung etwaiger Granula im Zytoplasma sind die Argumente, nach denen man die Zellen differenziert. Oft findet man nicht gleich im ersten Blickfeld Leukozyten, und man muß dann das nächste Blickfeld einstellen. Dabei geht man systematisch, und zwar mäanderförmig, vor, so wie es Abb. 5 zeigt.



Die eindeutige Zuordnung von Zellen zu den in der Tabelle 1 genannten Formen ist für den Anfänger naturgemäß

Tabelle 1

Granulozyten

Stabkernige Neutrophile
Segmentkernige Neutrophile
Eosinophile
Basophile

Tabelle 1

Mononukleäre Leukozyten

Lymphozyten
Stabkernige Neutrophile
50 bis 70 %
2 bis 6 %
0 bis 1 %

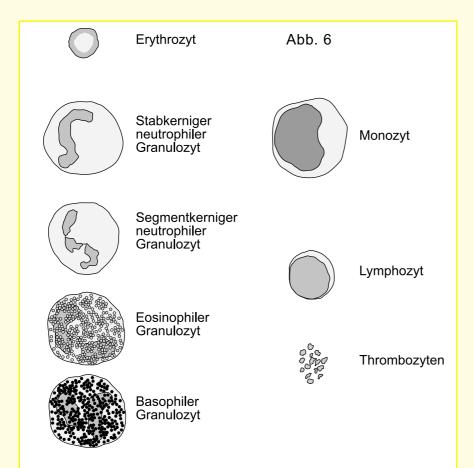
schwierig. Er wird immer auf die Hilfe eines Kollegen angewiesen sein, der Kenntnisse auf diesem Gebiet hat. Dazu kommen Schwierigkeiten, die entstehen, wenn man die Zellformen weiter unterteilen muß, etwa bei den Segmentkernigen in normale und übersegmentierte und bei den Lymphozyten in kleine, große und nacktkernige. Ganz zu schweigen von pathologischen Formen. Da das Ergebnis einer Leukozytendifferenzierung diagnostischen Charakter haben kann, sei darauf hingewiesen, dass nur die Ergebnisse sachkundiger Untersucher entsprechend gewertet werden dürfen. Die in Tab. 2 auf der nächsten Seite angegebenen Färbeergebnisse sind bei richtiger Durchführung für alle drei oben erwähnten Färbungen zu erwarten.

Neben den genannten Zellen findet man im Ausstrich auch Thrombozyten. Dies sind ca. 1  $\mu$ m große unregelmäßige Bruchstücke von Knochenmarksriesenzellen, den Megakaryozyten.

#### Technik der Differenzierung

- 1. Ausstrich auf den Kreuztisch legen, Objektiv 40:1 unterschwenken. Beleuchtung nach Köhler optimieren und Objekt fokussieren.
- 2. Prüfen, ob mindestens über dem größten Teil des Ausstrichs die Zellen in monozellulärer Schicht liegen. Nur an diesen Stellen ist der Ausstrich differenzierbar, da an dichteren Stellen eine eindeutige Zuordnung der Zellen oft nicht sicher möglich ist. Sind nur wenige Stellen ausreichend dünn, so wird man kaum 100 Leukozyten finden.
- 3. Ist der Ausstrich auswertbar, dann wird eine Stelle am Rande eingestellt (Abb. 5) und mit einem Tropfen Immersionsöl bedeckt. Dann wird das Objektiv

Tabelle 2							
Zellform	Zelldurchmesser	Kernform	Kernfärbung	Plasmafärbung	Granulafärbung		
Erythrozyt	са.7 µт	kernlos	-	rötlich	-		
Stabkerniger neutrophiler Granulozyt	$10  \mu \text{m}$ bis $16  \mu \text{m}$	u- oder s-förmige Stäbe	purpur-violett	hellviolett	hellviolett-violett		
Segment- kerniger neutrophiler Granulozyt	10 μm bis 16 μm	segmentierte Stäbe 2 bis 4 Segmente	purpur-violett hellviolett-violett	hellviolett	hellviolett-violett		
Basophiler Granulozyt	ca. 16 µm	rundlich bis segmentiert	purpur-violett	-	dunkelviolett- schwarz		
Eosinophiler Granulozyt	ca. 16 µm	rundlich bis segmentiert	purpur-violett	-	ziegelrot-rotbraun		
Lymphozyt	8 μm bis 25 μm	rund-oval	purpur-violett	taubenblau	-		
Monozyt	16 μm bis 20 μm	rund bis bohnenförmig	purpur-violett	taubenblau	-		



100:1 eingeschwenkt, neu geköhlert und nachfokussiert.

4. Nun wird mit Hilfe der Tabelle 2 und der Abbildung 6 entschieden, wieviele Zellen welcher Leukozytenformen im Blickfeld zu erkennen sind. Das Ergebnis wird in einer Hämogrammtabelle als Strichliste protokolliert: Ist die erste gefundene Zelle ein segmentkerniger neutrophiler Granulozyt, so wird in der Spalte unter der 10 in der Zeile "segmentkernig" ein Strich gemacht. Ist die zweite Zelle wieder ein Segmentkerniger, so kommt in die Spalte unter der 10 hinter "Segmentkernig" ein zweiter Strich. Jede weitere gefundene Zelle wird hinter ihrem Namen mit einem Strich markiert. Die ersten zehn gefundenen Zellen werden in der Spalte unter der 10 markiert. Die zweiten zehn gefundenen Zellen in der Spalte unter 20 usw. Findet man in dem Blickfeld keine weiteren Leukozyten, so stellt man das nächste Blickfeld ein und notiert die dort gefundenen Zellen an den entsprechenden Stellen in der Tabelle. So geht man Blickfeld für Blickfeld weiter und sucht den Ausstrich mäanderförmig ab.

Abb. 7											
Zellform	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	Summe
Stabkernig		III			I	I					5
Segmentkernig	HH I	П	HH	HH	HH	HH	<del>     </del>	<del>    </del>	HH III	<del>    </del>	60
Eosinophil	I			I					1	I	4
Basophil		I									1
Monozyt	I	II		I				I			5
Lymphozyt	П	П	HH	III	HH	IIII	I	I	I	II	25
Summe	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	100

Wenn die Spalte unter der 100 voll ist, dann hat man 100 Zellen differenziert. Durch Summieren der Striche hinter jeder Leukozytenform erhält man die prozentuale Verteilung der Leukozyten im Ausstrich. Im Beispiel lautet das Differenzierungsergebnis in Kurzform:

Stabkernige	5 %
Segmentkernige	60 %
Eosinophile	4 %
Basophile	1 %
Monozyten	5 %
Lymphozytenige	25 %

## Fehler bei der Erstellung des Differentialblutbildes

Ausstreichen, Färben und Differenzieren sind fehlerträchtige Techniken. Wir wollen hier auf häufige Fehler hinweisen.

#### Ausstreichen

- Der Ausstrich ist wellenförmig. Die Folge sind deformiert Zellen. Es wurde ruckartig ausgestrichen.
- Der Ausstrich geht über die gesamte Breite des Objektträgers. Dadurch werden Zählungen am Rande erschwert. Es wurde ein zu breites Deckglas oder ein ungefaster Objektträger verwendet.
- Der Ausstrich weist Löcher auf. Die Folge sind deformiert Zellen. Der Objektträger war nicht fettfrei und konnte daher nicht an allen Stellen vom Blut benetzt werden.
- Der Ausstrich ist zu dick. Einzelne Zellen sind nicht deutlich zu erkennen. Es wurde zu viel Blut verwen-
- det oder der Winkel war zu groß.
- Der Ausstrich ist zu kurz. Man findet u. U. keine 100 Leukozyten. Es wurde zu wenig Blut verwendet oder der Winkel war zu klein.

#### Färbung

- Der Objektträger trägt auf der Unterseite Farbreste; dies kann die Erkennung der Zellen stören. Der Objekt-
- träger ist zu reinigen.
- Es befinden sich Farbstoffpartikel auf dem Ausstrich, hierdurch kön nen Granula vorgetäuscht werden.
- Die Farbstofflösungen waren nicht klar. Lösungen vorher filtrieren.
- Die Farbwerte sind atypisch, was die Differenzierung erschwert. Die verdünnte Giemsa-Lösung war zu alt oder sie wurde geschüttelt.

- Die Ausstriche sind rotstichig, was daran liegen kann, dass das Wasser zu sauer ist.
- Die Ausstriche sind blaustichig, was daran liegen kann, dass alkalische Spülmittel nicht gut ausgewaschen wurden.

#### Differenzieren und Protokollieren

Man kann nicht auf die Zellen fokussieren. Der Ausstrich liegt mit der

- Schicht nach unten auf dem Tisch.
- Das Bild ist undeutlich, weil das Immersionsöl vergessen wurde.
- Der Ausstrich ist unzureichend beschriftet. Es muß eine eindeutige Zuordnung zum Patienten möglich sein.

Mit dieser Folge ist die Reihe zum Mikroskopieren abgeschlossen.

#### Von Punkten, Geraden, Kurven und Peaks (4)

Mitunter hört man im Labor oder liest in einem Bericht "die Werte korrelieren" oder "die Werte sind korreliert". Damit ist gemeint, dass ein Zusammenhang zwischen den Werten besteht. Der Teil A der Abb. 1 zeigt, dass die y-Werte größer werden, wenn die x-Werte größer werden. Im Teil B werden die y-Werte mit größer werdenden x-Werten kleiner. In beiden Fällen ändert sich das eine Merkmal in Abhängigkeit vom anderen. Es besteht eine Korrelation. Der Teil C der Abb. 1 zeigt, dass keine Beziehung zwischen den Merkmalen besteht. Teil D soll darauf hinweisen, dass der Zusammenhang nicht so gut ist wie im Teil A.

Die Stärke der Korrelation wird durch den **Korrelationskoeffizienten r** (von Bravais/Pearson) beschrieben. Er kann Werte von -1 bis +1 annehmen. Wenn keine Korrelation vorliegt, ist r=0. Liegen alle Punkte auf einer steigenden Geraden, so ist r=+1, liegen sie auf einer fallenden Geraden, so ist r=-1. Es besteht also ein Spielraum zwischen vollständiger und keiner Korrelation.

Der Korrelationskoeffizient ist nicht einfach zu berechnen, außerdem müssen die Werte normalverteilt sein. Die Berechnungsformel ist in Abb. 2 angegeben. In der Formel bedeuten:

n = Anzahl der Wertepaare

 $x_i y_i$  = Produkt der Wertepaare

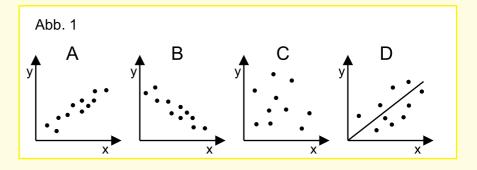
 $\sum x_i y_i$  = Summe der Produkte der Wertepaare

Was früher mühselig mit der Hand, später mit einem Taschenrechner oder schon etwas eleganter mit einem wissenschaftlichen Taschenrechner gerechnet werden musste, überlässt man heute einer Statistik-Software (z. B. Statistica<sup>®</sup>) oder Excel<sup>®</sup>, im letzten Fall heißt die eingebaute Funktion KORREL. Enthalten die Zellen A1 bis A12 die x-Werte und die Zellen B1 bis B12 die y-Werte, so kann man in eine freie Zelle eingeben

KORREL(A1:A12;B1:B12)

und erhält auf Tastendruck oder Mausklick den Korrelationskoeffizienten. Auf der nächsten Seite stehen in der Tabelle oben links Werte, die aus dem Buch "Statistik für naturwissenschaftliche Berufe" von Friedhelm Keller entnommen wurden. Bei den x Werten in der linken Spalte handelt es sich um das Alter von Mäusen, bei den y-Werten in der rechten Spalte um ihre Masse. In dem erwähnten Buch ist als Ergebnis 0,9903 angegeben, mit Excel erhält man mit der Funktion KORREL das gleiche Ergebnis. Im Fall der Mäuse besteht also ein sehr guter Zusammenhang zwischen den beiden Eigenschaften, denn Alter und Masse sind stark linear und positiv korreliert.

Bei der Korrelation der Mäuse wurde festgestellt, ob ein Zusammenhang zwi-



Alter x <sub>i</sub>	Masse y <sub>i</sub>
in Tagen	in Gramm
10	4,7
4	2,5
11	5,2
16	6,1
18	6,6
9	4,4
2	1,8
3	2,1
6	3,5
20	7,5
17	6,4
13	5,7

Abb. 2a: Korrelations-koeffizient 
$$\frac{\sum x_i y_i - (\sum x_i \cdot \sum y_i) / n}{\sqrt{\left[(\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2 / n) \cdot (\sum y_i^2 - (\sum y_i)^2 / n)\right]}}$$
Abb. 2b: 
$$\frac{\sum x_i y_i - (\sum x_i \cdot \sum y_i) / n}{\sum x_i^2 - ((\sum x_i)^2) / n}$$
Regressions-koeffizienten 
$$\frac{\sum x_i y_i - (\sum x_i \cdot \sum y_i) / n}{\sum y_i^2 - ((\sum y_i)^2) / n}$$

schen Alter und Masse besteht und wie stark er ist. Will man wissen, wie stark sich das eine Merkmal in Abhängigkeit vom anderen verändert, so muss man sich mit der **Regression** beschäftigen. Regression bedeutet eigentlich Rückschritt. Der Begriff ist historisch bedingt. Sir Francis Galton (1822 – 1911) führte den Begriff ein, weil er fand, dass die Söhne kleiner Väter größer sind als ihre Väter und die Söhne großer Väter kleiner sind als ihre Väter. Galton meinte, dies sei ein Rückschritt auf die mittlere Größe hin.

Bei der Regression gibt es den Regressionskoeffizienten, vgl. Abb. 2. Warum in Abb. 2 zwei Rechenwege angegeben sind, wird gleich noch erläutert. Wie die Berechnung des Korrelationskoeffizienten ist die Berechnung des Regressionskoeffizienten auf dem Papier mühsam. Eleganter geht es einer Statistik-Software oder mit dem sehr weit verbreiteten Excel. Die "eingebaute" Funktion heißt STEIGUNG, denn der Regressionskoeffizient liefert die Steigung für die Regressionsgerade. Dazu mehr in einer anderen Folge.

Der Regressionskoeffizient macht eine quantitative Aussage darüber, wie stark ein Merkmal sich verändert, wenn sich das andere ändert. Im Fall der Mäuse kann man fragen:

Wie ändert sich die Masse einer Maus, wenn sie einen Tag älter wird? In Excel gibt man ein:

STEIGUNG(B1:B12;A1:A12) und erhält (wie im Buch von F. Keller) als Regressionskoeffizient 0,3027, also 0,30. Das bedeutet, dass die Masse einer der (untersuchten) Mäuse pro Tag um 0,30 g zunimmt.

Man kann aber auch (umgekehrt) fragen, wie alt eine Maus geworden ist,

wenn sie eine bestimmte Masse erreicht hat. Dazu wird in Excel eingegeben

STEIGUNG(A1:A12;B1:B12) Die Software liefert als Ergebnis den Regressionskoeffizienten 3,2393, also 3,24 (wiederum Übereinstimmung mit dem Buch von F. Keller). Das bedeutet: Wenn die Masse einer Maus um 1 g zugenommen hat, ist sie um 3,24 Tage älter geworden.

### Legierungen ■ ■ ■ ■ ■

Dr. Wolfgang Werner, Münster

Mit Metallen haben Legierungen die elektrische Leitfähigkeit und den Metallglanz gemeinsam. Im täglichen Umgang werden Legierungen nicht von Metallen unterschieden, außer, wenn es sich bei "diesem" Metall um eine bekannte Legierung handelt. Ein Metall besteht aus einem Element, bei einer Legierung handelt es sich um ein Metall, dem mindestens eine andere Metallsorte hinzugefügt wurde; im klassischen Falle wurde die Vereinigung im flüssigen Zustand vorgenommen. Vom lat. ligare (verbinden) leitet sich der Begriff Legierung wie alliage (frz.) und alloy (engl.) ab. Heute gibt es auch die Pulvermetallurgie, bei der die Ausgangsmetalle pulverförmig vereinigt werden. Zwei Metalle können, wie von Flüssigkeiten bekannt, vollständig oder unvollständig mischbar sein. Nicht alle Metalle bilden miteinander Legierungen, so entmischen sich Schmelzen aus Pb/Al und Pb/Fe beim Abkühlen. Der Transport von Quecksilber in Gefäßen aus Eisen weist darauf hin, dass auch hier keine Legierungsbildung erfolgt.

Beim Legieren können sich intermetallische Phasen mit stöchiometrischen Zusammensetzungen bilden; heteropolare oder gar ionische Bindungen spielen dabei keine Rolle. Zur Untersuchung der Struktur einer Legierung wird ein Phasen- oder Zustandsdiagramm aufgestellt. Zur Identifizierung der Komponenten ist eine qualitative Analyse erforderlich.

Legierungen stellt man her, um die Eigenschaften eines Metalls zu modifizieren, d. h. zu verbessern, z. B. Härte oder Korrosionsbeständigkeit. Die am längsten bekannte Legierung ist die Bronze, die man bei der gemeinsamen Verhüttung von Kupfer- und Zinnerzen erhielt. Caesar berichtet von Zinnvorkommen in Briannien (Cornwall). Neuere Ausgrabungen im östlichen Nildelta deuten auf industrielle Herstellung unter Ramses II (1290 – 1224 v. Chr.) hin.

Bekannter ist die vorgeschichtliche Epoche zwischen Jungstein- und Eisenzeit, ca. 3500 v. Chr., die man Bronzezeit nennt, weil sich viele Gebrauchsgegenstände. Waffen und Schmuck aus Bronze im Boden erhalten haben, anders als bei Gegenständen aus Eisen. Über die Bronzezeit findet man verschiedene Zeitangaben, die mit Regionen und Völkern in Zusammenhang stehen. Die Vermutung, dass Bronze zunächst auf dem Balkan hergestellt wurde, könnte mit dem Namen Bronze (ital. bronzo) von aes (lat. Metall) und brundisium von Brindisi vielleicht als Einfuhrhafen zusammenhängen.

Bronze war schon vor ca. 5000 Jahren in China in Gebrauch. Es ist nicht bekannt, ob das Wissen über die Bronzeherstellung ins Abendland gelangte. Bronze als Legierung zum Guß von Glocken ist

noch heute aktuell. 78 % Cu + 22 % Sn ist die Standardmischung für den Klang, durch Zusatz von Blei werden die tragenden Töne abgeblockt.

Vom Aspekt ähnelt Messing der Bronze. Je nach Zinkgehalt ist diese Legierung aus Kupfer und Zink hellgelb (hohe Zinkgehalte) oder rotgelb. Von technischem Interesse sind nur Legierungen mit mehr als 52 % Cu. Messing mit 70 -90 % Cu wird als Tombak bezeichnet. Dank der Korrosionsbeständigkeit und Festigkeit wird Messing als leicht verarbeitbares Material für die Geräteherstellung verwendet. Vom teilweise goldähnlichen Aussehen führt der Weg zur Verwendung in der Schmuckindustrie und zu Bezeichnungen wie Mannheimer Gold, Similor (wie Gold), Talmigold und Mussivgold. Der deutsche Name Messing soll auf das Volk der Mossynoiken im Nordosten Kleinasiens zurückgehen, denen die Entdeckung dieser Legierung zugeschrieben wird. Das französische laiton soll auf arabisch latun, auf Kupfer zurückgehen.

#### Quecksilber in aller Munde

Legierungen mit Quecksilber waren schon den Römern bekannt. Das Wort Amalgam ist arabischen Ursprungs und bedeutet Werk der Vereinigung. Amalgam als Material für Zahnfüllungen war in Verdacht geraten, toxisches Quecksilber abzugeben. Die Komponenten für Dentalamalgam sind Ag, Cu, Sn und Ag. Von den Mengenverhältnissen hängt die Bildung von intermetallischen Phasen ab, die der Korrosion im Mund widerstehen.

Medieninteresse hat neuerdings die Goldgewinnung durch Auflösen von Goldflittern in Quecksilber (Goldamalgam ist bis 10 % flüssig) und Vertreibung des Quecksilbers durch Erhitzen im Bra-

#### Was die Azubis verdienten

Für Auszubildende betrug der tarifliche Vergütungsdurchschnitt im vergangenen Jahr 1085 DM und lag damit 2,5 Prozent über dem Vorjahreswert. Nach wie vor besteht ein Unterschied zwischen West und Ost: 1117 DM verdienten die Azubis durchschnittlich in Westdeutschland, in Ostdeutschland waren es 958 DM.

Zwischen den Ausbildungsberufen gab es wie immer erhebliche Unterschie-

WMF Cromargan



Mitunter kann man aus der auf einem Gebrauchsgegenstand angebrachten Prägung einen oder mehrere Legierungsbestandteile entnehmen.

silianischen Urwald gefunden. Dieses Verfahren wird erstmals im 11. Jahrhundert erwähnt. Darauf beruht auch die Feuervergoldung. Natriumamalgam wird bei der Chloralkalielektrolyse nach dem Quecksilberverfahren gebildet und mit Wasser zu Natronlauge und Wasserstoff umgesetzt.

Die technische Bedeutung von Eisen hat den Begriff Legierung mit Stahl verknüpft und gegen Gußeisen mit einem höheren Kohlenstoffgehalt abgegrenzt. Im Roheisen sind außerdem geringe Mengen Phosphor und Schwefel enthalten. Stahl enthält weniger als 2,1 % Kohlenstoff. Durch Zusätze von Cr, Si und Mn kann man nichtrostende Stähle herstellen. Aber nicht nur die Zusammensetzung ist für die Eigenschaft des Stahls wichtig, sondern auch die thermische Behandlung, wie z. B. Abschrecken, hat einen Einfluß auf das Strukturgefüge und damit auf verschiedene Eigenschaften.

#### Sonderlegierungen

Eine Pb/Na-Legierung mit ca. 10 % Natrium kann das metallische Natrium für das Trocknen von Lösungsmitteln im Labor ersetzen. Das Woodsche Metall ist eine der Schmelzlegierungen, es schmilzt bei etwas über 60 °C und kann im Metallbad zur Wärmeübertragung bis 300 °C

de. In einer Tabelle des BIBB liegt der Gerüstbauer an der Spitze (West 1870 DM, Ost 1684 DM). Das Schlusslicht bildet der Friseur/die Friseurin (West 754 DM, Ost 480 DM).

Dass die Ausbildungsvergütung während der Ausbildungszeit steigt, ist allgemein bekannt. Dies waren die Werte des vergangenen Jahres:

6 6	West	Ost
1. Ausbildungsjahr	983	833
1. Ausbildungsjahr	1110	968
1. Ausbildungsjahr	1252	1104

verwendet werden. Es hat die Zusammensetzung 50 % Bi, 25 % Pb, 12,5 % Cd und 12,5 % Sn. Die Legierung nach Devarda (50 % Cu, 45 % Al, 5 % Zn) wird im Laboratorium in Pulverform für Reduktionen verwendet, z. B.  $NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NH_3$ . Hartblei mit 17 – 18 % Sb und 8 – 10 % Sn ist das Material für Gewehrkugeln.

Duraluminium ist Aluminium mit Zusätzen von 3-5 % Cu, 0.5-2 % Mg und 0.25-1 % Mn.

Konstantan ist eine zinkfreie Cu/Ni-Legierung mit 1 % Mn, die sich dadurch auszeichnet, dass ihr elektrischer Widerstand weitgehend temperaturunabhängig

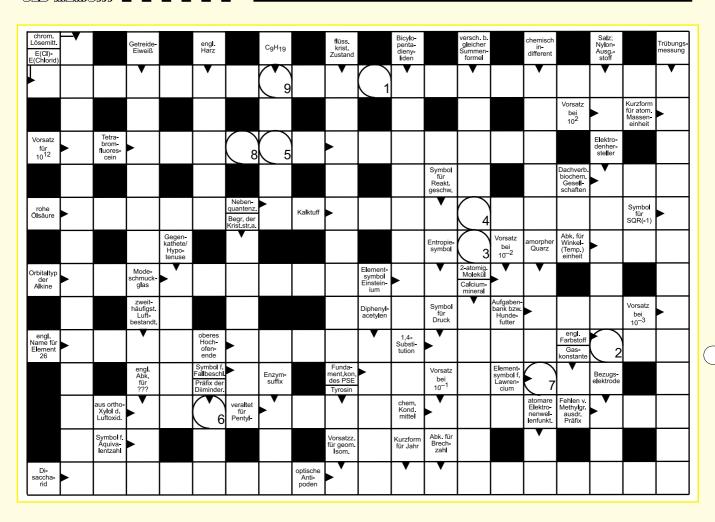
#### Edelmetalllegierungen

Gold und Silber sind so weiche Metalle, dass sie kaum in reiner Form Verwendung finden. Rotgold enthält 25 bis 38 % Kupfer neben eventuell geringen Mengen Silber. Weißgold sind Legierungen mit Palladium oder mit Nickel neben geringen Mengen Kupfer und Zink. Der Feingehalt an Gold wird in Promille angegeben, ebenso der Feingehalt in Silberlegierungen, z. B. Sterlingsilber von 825 bis 925. Vielfältige Silberlegierungen erhält man durch Legierungszusätze von Cu, Pd, Zn, Ni, W, Mo und Cd.

Die Verteilung auf bestimmte Vergütungsklassen sieht so aus:

West	> 1300 DM	14 %
West	900 - 1300 DM	74 %
West	< 900 DM	12 %
Ost	> 1300 DM	3 %
Ost	900 - 1300 DM	48 %
Ost	700 – 900 DM	33 %
Ost	< 700 DM	16 %

Beim Rätsel auf der nächsten Seite ergeben die Buchstaben in den Feldern 1 bis 9 unser Stress-Hormon.



#### Notfallchemie: Was ist ein "Gifttanker"?

Im Erfinden von neuen Begriffen sind Journalisten Weltmeister. Ob diese Begriffe immer den Tatsachen entsprechen, sei dahingestellt, jedenfalls erwecken sie die Aufmerksamkeit der Leser, Zuhörer und Zuseher. So auch in diesem Fall, wo eine "Giftladung" Frankreichs Küste bedroht. Bei einem der ersten Herbststürme ist in den letzten Oktobertagen im Ärmelkanal in Höhe von Cherbourg der Chemikalientanker "Levoli Sun" in Seenot geraten und gesunken. "Eine Katastrophe", sagt Greenpeace, der Verlader Shell spricht von "keiner nennenswerten Gefahr". Ist nun der Tanker an sich "giftig" oder die Ladung? Und was passiert damit im Wasser? Diese Frage beantworten die Journalisten nicht, weil sie sich darüber nicht informieren oder die Antwort fachlich nicht verstehen.

Da die Ladeliste nicht zugänglich ist, wurde nach einschlägigen Berichten der Inhalt der Ladung mit "Styrol, Methanol, Isopropanol und Trichlormethylsilan" angegeben, nicht zu vergessen den Treibstoff, der an Bord des Tankschiffes war. Damit ergibt sich das in der Tabelle angegebene Gefährdungspotenzial.

#### Was bedeuten diese Zahlen?

Sie besagen, dass für den Menschen nur Methanol als "giftig" eingestuft ist.

Die IMDG-Klasse verweist auf die Klasse, die bei der Beförderung gefährlicher Güter zur internationalen Beförderung angegeben werden muss, hier nach Gefahrgutverordnung See (IMDG-Code = International Maritim Dangerous Goods-Code). Klasse 3 gilt für entzündbare Flüssigkeiten, und zwar Klasse 3.2 für Flüssigkeiten mit mittlerem Flammpunkt (–18 °C bis 23 °C), Klasse 3.3 für Flüssigkeiten mit hohem Flammpunkt (23 °C bis 61 °C). Klasse 8 steht für ätzende Stoffe (beim Landversand wird Styrol in Klasse 3 eingestuft!).

Die Wassergefährdungsklassen (WGK) besagen: WGK 1 = Schwach wassergefährdende Stoffe, WGK 2 = Wassergefährdende Stoffe. Die höchste Stufe, WGK 3 = Stark wassergefährdende Stoffe, ist nicht vertreten.

Die Wasserlöslichkeit gibt Auskunft über die Löslichkeit bei 20 °C, aber Methanol und Isopropanol sind in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar und Trichlormethylsilan hydrolysiert rasch zu Salzsäure und Silanen. Lediglich Styrol und der Dieselbrennstoff sind schwer löslich in Wasser und würden sich wegen ihrer Dichte (< 1 g/ml) auf der Wasseroberfläche ansammeln.

Die Bewertungszahl für die akute Toxizität, hier ist nur die Fischtoxizität (Testverfaharen nach DIN 38 412 L15, OECD 203) genannt, gibt die Todesrate der Individuen innerhalb von 48 bis 96 Stunden an.

In einem Pressebericht war zu lesen: "Zwei der drei verschiedenen Chemikalien sind wasser- oder luftlöslich". Was ist denn das? Die Wasserlöslichkeit ist in der Tabelle schon angegeben. Und mit der Luftlöslichkeit ist die Verdunstungszahl gemeint, die im Verhältnis zu Ether = 1 bestimmt wird. Die Verdunstungszahlen liegen vor für Methanol = 4,8, Isopropanol = 7,4 und Styrol = 16. Diese Werte gelten nur für reine Stoffe unter festge-

Gefährdungspotential					
Stoff (Versandname)	Gefahren- Symbol	IMDG Klasse WKG		Wasser löslichkeit	Fisch toxizität
Methanol (Methanol)	F = leichtentzündlich T = giftig	3,2	1	mischbar	<2,0
Isopropanol (Isopropylalkohol, 2-Propanol)	F = leichtentzündlich Xi = reizend	3,2	1	mischbar	2,0
Styrol Xn = gesundheitsschädlich (Phenylethylen, Vinylbenzol)		3,3	2	320 mg/l	4,8
Trichlormethylsilan (Phenylsiliciumtrichlorid)	F = leichtentzündlich Xi = reizend	8	1	hydrolysiert (rasche Hydrolyse)	3,5 - 3,7
Dieselbrennstoffe (Gasöl, Diesel, Heizöl)	Xn = gesundheitsschädlich	3,3	2	ca 10 mg/l	3,9

legten Standards und nicht für Mischungen mit Wasser bzw. Seewasser.

Berücksichtigt man diese Kenndaten, so bestätigt sich die Aussage einer französischen Toxikologin zu diesem Fall im Fernsehen, dass außer kurzzeitigen, lokalen Beeinträchtigungen nach diesem Stoffaustritt keine weiteren Auswirkungen von der Ladung zu befürchten sind.

Wichtig ist, dass keine Personenschäden zu beklagen sind und auch bei Ladungsaustritten für die Bevölkerung keine zu befürchten sind. Die Umweltschäden durch die Ladung sind zwar gegeben, halten sich aber auf Grund der Stoffeigenschaften in Grenzen.

Schwerwiegender dürfte die Verschmutzung durch den Treibstoff ausfal-

len, hier steckt allen Anwohnern noch die Ölpest an der französischen Atlantikküste, verursacht durch den maltesischen Tanker "Erika", in den Knochen.

Günter Sorbe

#### Für Seite 24

1. e; 2. a; 3. b; 4. e; 5. c; 6. b; 7. a; 8. d; 9. c; 10. d; 11. c; 12. d.

#### Die EN-Werte und ihre Historie

## Teil 1: Ein wichtiges "something" der Chemie

Fragt man Chemiebeflissene, gleichgültig ob Lernende oder Lehrende, nach besonders wichtigen Merkmalen der Atome, so wird in den allermeisten Fällen die Elektronegativität zuerst genannt. Bittet man anschließend um Erläuterungen, dann wird unter anderem fast immer bekundet: "auf Paulings EN-Skala hat das Fluoratom den Wert 4", denn das ist mindestens der Wissensstand, der sich als "Allgemeinbildung" erhält, wenn sich jemand so mit Chemie befaßte, daß er in die Bindungslehre eingedrungen ist. Die polarisierte Kovalenzbindung zwischen Atomen in Molekülen kann als zentrales Thema der Chemie anschaulich nur unter dem Aspekt der Elektronegativität erschlossen werden.

Electronegativity is an important part of the intuitive approach to understanding nature [...]

The reason for the sustained interest appears to lie in the fact that the idea of electronegativity is practically a direct consequence of foundation concepts of modern chemistry, specifically the following three:

- 1) molecules are made up of atoms held together by chemical bonds.
- 2) chemical bonds involve a sharing of electrons between the atoms.
- 3) the electrons are not always shared equally.

Given these three statements then it is almost a matter of human nature to assume that there is something about the atoms that would cause this unequal sharing. That something, of course, is called electronegativity. (J. Mullay: Structure and Bonding 66; Electronegativity).

Wenn es zutrifft, was Mullay schrieb: "[...] there is something about the atoms that causes unequal electron sharing", dann wird bei historischen Betrachtungen, wie dieses "something" in das Bewußtsein der Menschen kam, der Name Linus Pauling immer im Vordergrund stehen. Immer werden zu Unterrichtsgesprächen über die chemische Bindungslehre Paulings Theorien gehören.

Pauling konnte 1992 nach einer von Freude getragenen und durch Intuition beflügelten äußerst erfolgreichen Forschertätigkeit mit Stolz im Journal of Chemical Education resümieren: "Much of my life has been devoted to study of the nature of the chemical bond. [...] The concept of the chemical bond is the most

valuable concept in chemistry. Its development over the past 150 years has been one of the greatest triumphs of the human intellect."

Pauling veröffentlichte seine bahnbrechenden Erkenntnisse in einer Reihe von Aufsätzen mit dem Titel "The Nature of the Chemical Bond" in Fachzeitschriften, später faßte er seine vertieften Gedanken in einem Buch zusammen, dem er den gleichen Titel gab. "Man kann seit diesem fokussierenden Genieblitz tatsächlich die Chemie in ihren weitesten Ausstrahlungen als Zeit vor (B. P.) und nach Pauling (A. P.) zählen, denn dieses Buch hatte einen ungeheuren Einfluß auf alles, das chemisch ist [...]." (Lothar Jaenicke: Chemie in unserer Zeit 28 [1994], 298).

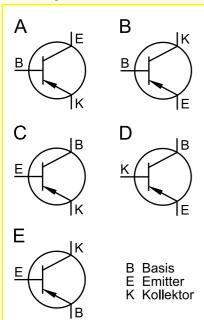
"One of the most pervasive ideas to emerge from the series of papers entitled 'The Nature of the Chemical Bond' is the concept of the relative electronegativity of atoms." (Pauling: Molecular Structure and Energetics 1, Seite 1).

Paulings EN-Konzept führte zu den EN-Werten. Die EN-Werte und ihre Historie sind das Thema einiger Aufsätze, die im CLB-Memory anläßlich des 100. Geburtstages von Linus Pauling veröffentlicht werden.

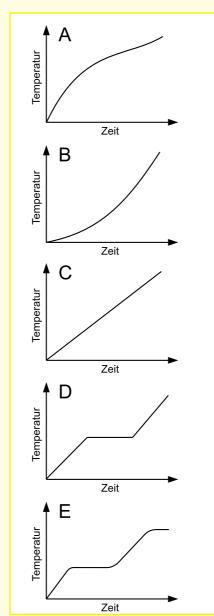
Harald Richter, Wuppertal

#### Physik- und Chemiesektor programmiert geprüft

- 1. Die Klemmen einer Batterie mit der Spannung 12 V und dem inneren Widerstand 1  $\Omega$  werden über einen Widerstand von 3  $\Omega$  miteinander verbunden. Welche Stromstärke hat der Strom, der durch den  $3-\Omega$ -Widerstand fließt?
  - a 16 A
  - b 12 A
  - c 9 A
  - d 4 A
  - e 3 A
- **2.** Gegeben sind 20 g Wasser von der Temperatur 30 °C. Welche der unter a bis e angegebenen Wasser- bzw. Kupfermengen erhöht die Temperatur des Wassers am stärksten? Die spezifischen Wärmekapazitäten sind: Wasser 4,2 J g<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, Kupfer 0,42 J g<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>.
  - a 4 g Wasser von 80 °C
  - b 1000 g Kupfer von 25 °C
  - c 100 g Kupfer von 35 °C
  - d 80 g Wasser von 27 °C
  - e 20 g Wasser von 40 °C
- **3**. In welchem Diagramm sind die Transistorelektroden richtig beschriftet?
  - a Diagramm A
  - b Diagramm B
  - c Diagramm C
  - d Diagramm D
  - e Diagramm E



**4.** Ein Feststoff wird in einem isolierten Behälter bei gleichbleibender Wärmezufuhr erhitzt, bis ein Teil des Feststoffs verdampft ist. Welches Diagramm zeigt die Temperaturänderung während dieser Zeit richtig?



- a Diagramm A
- b Diagramm B
- c Diagramm C
- d Diagramm D
- e Diagramm E
- **5.** Ein 2-m³-Behälter enthält Wasserstoff unter einem Druck, der viermal größer ist als der Luftdruck. Wieviel 0,2-m³-Wetterballone kann man bei gleicher Temperatur füllen?
  - a 80
  - b 40
  - c 30 RRR
  - d 16
  - e 8
- **6.** Welche Aussage ist *falsch*?
  - a In der eluotropen Reihe sind Lö sungsmittel für die HPLC nach ihrer Elutionskraft angeordnet.

- b Silicagel ist als S\u00e4ulenmaterial f\u00fcr die HPLC, aber nicht f\u00fcr die Gelchromatographie geeignet.
- c Von Reversed-Phase-Chromatographie spricht man, wenn die stationäre Phase weniger polar ist als die mobile.
- d Die Elutionskraft der mobilen
   Phase muss während der Elution
   zunehmen.
- **7.** Es werden wässrige Lösungen der unter a bis d genannten Salze hergestellt. Welche der Lösungen reagiert sauer?
  - a Ammoniumsulfat
  - b Natriumperchlorat
  - c Kaliumcarbonat
  - d Kaliumcyanid
- **8.** In welcher der Zeilen a bis d ist die Aussage richtig?

	Element	Hauptgruppe
a	Bor	II
b	Zinn	III
c	Barium	IV
d	Bismut	V

- **9.** Welches der folgenden Sulfate besitzt die geringste Löslichkeit in Wasser?
  - a Kaliumsulfat
  - b Natriumsulfat
  - c Bariumsulfat
  - d Magnesiumsulfat
- **10.** In welcher Zeile ist die Aussage über Isotope richtig?

	Massen-	Neutronen-	Protonen-
	zahl	zahl	zahl
a	versch.	versch.	versch.
b	gleich	gleich	gleich
c	versch.	gleich	versch.
d	versch.	versch.	gleich
e	gleich	gleich	versch.

- **11.** Welches Gas ist der Hauptbestandteil von Erdgas?
  - a Argon
  - b Kohlenstoffdioxid
  - c Methan
  - d Stickstoff
- 12. Welche der Aussagen ist falsch?
  - a Ist in einer wässrigen Lösung eines Salzes ein Bodenkörper vorhanden, so ist die darüber stehende Lösung an dem Salz gesättigt.
  - b Die Erfassungsgrenze eines Stoffes gibt die Masse des Stoffes an, die noch nachweisbar ist.
  - c Platintiegel sind nicht für alle Arten von Schmelzen geeignet.
  - d Ein Katalysator beschleunigt die Einstellung des Gleichgewichts und verändert dabei die Lage des Gleichgewichts.



Abb. 3: Tabellarischer Vergleich wichtiger QM-Systeme.

Es galt also, ein Instrumentarium zu entwickeln, das sicherstellt, dass alle Abläufe im Rahmen einer Produktentwicklung nachvollziehbar sind, alle Entscheidungen und Verantwortlichkeiten klar definiert und die erzeugten Daten von angemessener Qualität sind. Dieses ursprünglich von der amerikanischen Gesundheitsbehörde FDA erarbeitete und später auch von der Umweltbehörde EPA (Environmental Protection Agency) übernommene Regelwerk wurde als "Good Laboratory Practice" bezeichnet und bezog sich im Unterschied zu den klinischen Prüfungen am Menschen nur auf nichtklinische Laborprüfungen. In erster Linie waren damit toxikologische Laborprüfungen gemeint, was aber in der Bezeichnung GLP (leider!) nicht zum Ausdruck gebracht wurde. An mögliche Probleme bei der Übertragung der GLP-Richtlinien auf Labors aller Art, z. B. analytische Prüflabors, dachte zu diesem Zeitpunkt wohl niemand.

Vor dem Hintergrund der Entstehungsgeschichte der GLP werden die Hauptziele verständlich:

- Nachvollziehbarkeit von Untersuchungen durch lückenlose Dokumentation
- Festlegung von Verantwortlichkeiten und klaren organisatorischen Regelungen
- Erzeugung von Daten angemessener Qualität.

In den 80er Jahren befasste sich auch die OECD mit diesem Thema und veröffentlichte entsprechende Richtlinien. Diese Richtlinien haben wegen des nicht gesetzgebenden Charakters der OECD allerdings nur Empfehlungscharakter. Erst durch Übernahme in eine EG-Richtlinie wurden die EG-Mitgliedsstaaten gezwungen, die GLP-Richtlinien in nationales und damit bindendes Recht umzusetzen, was für die Bundesrepublik mit der Neufassung des Chemikaliengesetzes 1990 erfolgt ist.

Durch die globale Verbreitung der GLP wurden weitere Ziele erreicht, die über nationale Zielsetzungen hinausgehen:

- Internationale gegenseitige Anerkennung der Daten und dadurch
- Vermeidung von Mehrfachuntersuchungen (Tierschutz und Kostenersparnis).

Vor dem Hintergrund dieser historischen Entwicklung sind folgende Tatsachen festzuhalten:

- 1. GLP stammt aus den USA und ist deshalb den dortigen Gegebenheiten angepasst (z. B. schlechtere Berufsausbildung für Laborpersonal als in Europa).
- **2.** GLP entstand aus dem (im Einzelfall berechtigten) Misstrauen der Öffentlichkeit gegenüber der Industrie.
- **3**. GLP ist zugeschnitten auf toxikologische Prüfungen, d. h. zeit- und



kostenaufwendige, teilweise jahrelange Studien.

#### GLP: Verantwortlichkeit und Dokumentation

Die GLP ist für risikorelevante Untersuchungen von chemischen Produkten vorgeschrieben. Es handelt sich dabei insbesondere um Laboratorien der chemischen Industrie mit den Schwerpunkten Pharma, Pflanzenschutz, Sprengstoffe, Lebensmittelzusatzstoffe und andere Chemikalien, die sicherheitsrelevante Daten zur Zulassung von Substanzen ermitteln (Bsp. Toxikologie, Umweltverhalten) oder um Auftragslabors, die in diesen Bereichen tätig sind.

Diese Untersuchungen laufen meist als längere Studien ab, so dass als typische Probleme unvollständige Planung, schlecht gesteuerter Studienablauf und schlechte Nachvollziehbarkeit durch unzureichende Aufzeichnungen leicht auftreten können. Da die Ergebnisse einergravierende Risiken für Mensch oder Umwelt ausschließen sollen, andererseits aber auch enorme wirtschaftliche Folgen für das entwickelnde Unternehmen haben können, ist die Anwendung der GLP heute international vorgeschrieben.

Im Kern geht es bei der GLP um definierte Verantwortlichkeiten und Nachvollziehbarkeit vollständige durch umfassende Dokumentation, damit bei komplexen Studien auch noch nach Jahren noch erkennbar ist, wer wann was und mit welchem Ergebnis gemacht hat. So lautet ein Motto der **GLP** 7.11 Recht: Was nicht dokumentiert wurde, ist nicht getan worden. Alle Ergebnisse des abschließenden Berichts müssen sich auf die Rohdaten der zugrunde liegenden Untersuchungen zurückführen lassen.

Geprüft wird dies durch eine unabhängige Qualitätssicherungseinheit. Nach Abschluss einer Studie müssen alle Studienaufzeichnungen in einem gesonderten Archiv sicher verwahrt werden.

Wenn man bedenkt, dass die GLP-Überwachung von Behördenvertretern streng nach Gesetzeslage durchgeführt wird, verwundert es nicht, dass die GLP die strengsten Anforderungen aller QM-Systeme an ein Labor stellt. Böse Zungen behaupten aber, die GLP sei weniger ein QM-System als vielmehr ein Dokumentationssystem. Im Extremfall kann ein falsch gemessener Wert bei perfekter Dokumentation aus GLP-Sicht vertretbar sein. Dies wird aber dadurch verständlich, dass die GLP lediglich die Übereinstimmung der Daten und Ergebnisse mit der Realität im Labor absichern will, während die Bewertung der Ergebnisse den Zulassungsbehörden vorbehalten bleibt.

Alle Abläufe sind in Standard-Arbeits-Anweisungen (SOPs) zu beschreiben. Die SOPs werden nach Erstellung bzw. Prüfung durch Prüfleiter und ggf. die QSE (Qualitäts-Sicherungs-Einheit) von der

Leitung der Prüfeinrichtung in Kraft gesetzt. SOPs müssen in der Landessprache bzw. in der Sprache der Anwender im Labor vorliegen und sollten in einer möglichst kurzen und einprägsamen Weise geschrieben sein, um den Anwendern schnell und eindeutig die Vorgehensweise klar zu machen.

Jede GLP-Prüfeinrichtung muss bestimmte Funktionen definieren und personell zuordnen. Dies sind:

- Leitung der Prüfeinrichtung (Management, Vorgesetzter der Prüfleiter)
- Prüfleiter (einer oder mehrere, fachlich verantwortlich für die Prüfung)
- Qualitätssicherungseinheit (QSE).

Eine besondere Rolle in der GLP spielt das Archiv, das im einfachsten Fall ein diebstahl-, feuer- und wassersicherer Panzerschrank ist. Dort werden nach GLP archivierungspflichtige Unterlagen wie Personaldatenblätter, Gerätedokumentationen ausrangierter Systeme, SOPs im Original und Prüfpläne, Rohdaten und Abschlussberichte von Studien eingelagert. Zugang

zum Archiv hat ausschließlich der Archivbeauftragte und sein Vertreter. Er wird von der Leitung der Prüfeinrichtung ernannt und darf nicht in die Durchführung von GLP-Prüfungen involviert sein.

#### Zusammenfassung und Ausblick

Für Laboratorien existieren nach wie vor mehrere QM-Systeme mit unterschiedlicher historischer Entwicklung und Zielsetzung und daher auch unterschiedlichen Anforderungen. Der Nachweis eines OM-Svstems wird vom Markt heute schon fast als Selbstverständlichkeit betrachtet. Auf Grund der steigenden Anforderungen durch ständig neue Revisonen der Normen und Gesetzestexte und erweiterte Inhalte (Beispiel Computervalidierung) sowie der fehlenden Harmonisierung der Systeme, die lediglich bei Akkreditierung und Zertifizierung zu beobachten ist, wird wirtschaftlich angemessenes Qualitätsmanagement für Laboratorien zukünftig eine immer dringlichere Forderung.



# Freispruch für Kohlendioxid?

Kohlendioxid gilt als Treibhausgas und soll für die globale Erwärmung in entscheidendem Maße verantwortlich sein. Neue Untersuchungen zweifeln diese These an.

Jan Veizer, der an den Universitäten Bochum und Ottawa tätig ist, überprüfte mit seiner Arbeitsgruppe die Oberflächentemperaturen tropischer Meere im Verlauf der vergangenen 540 Mio. Jahre. Hierbei dienten Sauerstoffisotope in Calcit und Aragonit von Sedimenten als Parameter. Es zeigten sich große Schwankungen zwischen Warmund Kaltzeiten.

Das Kohlendioxid korrelierte jedoch nicht direkt mit diesen Phasen: Der Anstieg der Konzentration in der Atmosphäre ging einem Temperaturanstieg nicht voraus, sondern folgte ihm nach. Somit scheint das Gas den Klimawechsel nicht anzutreiben, wie man bisher annahm. Verlöre das Kohlendioxid seinen Charakter als Wegbereiter einer globalen Erwärmung, so wären Maßnahmen für eine Drosselung der Verbrennung fossiler Energieträger überflüssig. Vermutlich sind die Zusammenhänge weit komplizierter, als wir sie gegenwärtig sehen (Nature 408, 698 [2000]).

DRV

# Urintest nicht aussagekräftig

Soldaten, die im Golf- und im Kosovokrieg mit uranhaltiger Munition in Berührung gekommen sind, können durch Strahlung gefährdet sein: Das Fehlen des Elements im Harn ist kein entlastender Beweis.

Als Zusatz in Munition erhöht abgereichertes Uran ihre Durchschlagskraft beträchtlich. Der Verwendung im Golfkrieg folgte der Einsatz im Kosovokonflikt, bei dem man rund 8 t Uran verschoss. 15 Golfkriegsveteranen tragen noch uranhaltige Granat-splitter in ihrem Körper, und bei ihnen ist der Gehalt im Harn erhöht, ohne dass gesundheitliche Probleme aufgetreten wären. In der Hitze verbrennendes Uran bildet winzige Partikel von Uranoxid, die dann beim Einatmen in die Lunge gelangen.

Dort fangen weiße Blutzellen die inhalierten Teilchen ab und deponieren sie in den tracheobronchialen Lymphknoten. Hier senden sie Alpha- und Betastrahlen aus, die lokal wirken und Leukämien induzieren können. Im Harn tritt dieses Uran nicht auf. Das wahre Ausmaß der Gefahr ist somit nur post mortem durch Analyse der Lymphknoten zu bestimmen (New Scientist 169, Nr. 2273, 5 [2001]). DRV

## Milchproteine in alten Töpfen

Mit einem neuen Verfahren gelingt es, Milchwirtschaft vor 2500 Jahren nachzuweisen.

rchäologisch ist es schwierig zu entscheiden, ob Rinder zur Fleisch- oder Milchproduktion gehalten wurden. Britische Biochemiker haben mit einer neuen empfindlichen Technik Milchproteine in den Scherben prähistorischer Gefäße identifiziert. Die Studien belegen, dass selbst an der klimatisch ungünstigen schottischen Atlantikküste schon vor 2500 Jahren Milchwirtschaft betrieben wurde. Milch dringt in die Poren von Tongefäßen ein. Obwohl Proteine für

die Diagnostik wertvoller sind, war man bisher vorwiegend auf den Nachweis von Lipiden angewiesen.

Mit Hilfe eines speziellen immunologischen Verfahrens wurden Extrakte aus Scherben mit monoklonalen Antikörpern gegen hitzezersetztes und dephosphoryliertes Rinder-alpha-Casein getestet. Das Casein ist charakteristisch für Kuhmilch. Die große Zahl der Gefäße deutet auf eine umfangreiche Nutzung der Tiere für die Milchgewinnung hin: Milchwirtschaft war im Bereich der Äußeren Hebriden schon während der Eisenzeit verbreitet (Nature 408, 312 [2000])

DRV

### **Uralter Zirkon**

Als Relikt der primordialen Kruste unserer Erde vor 4,4 Milliarden Jahren identifizierten zwei Forschungsgruppen Kristalle des sehr beständigen Zirkons.

ie eigentliche Geologie unseres Planeten beginnt vor rund vier Milliarden Jahren, als das Bombardement durch Meteoriten aus dem Weltall geringer wurde. Die Analyse von Zirkon aus Gneisen Australiens ergab jetzt auf Grund der Relation von Bleisotopen in Beimischungen Alterswerte von 4,3 bis 4,4 Milliarden Jahren für die ersten Kontinentalkrusten.

Bemerkenswert ist die aus den Sauerstoffisotopen abgeleitete Aussage, dass sich der Zirkon im Kontakt mit flüssigem Wasser gebildet hat. Allgemein gilt, die damaligen Temperaturen seien für die Existenz flüssigen Wassers zu hoch gewesen (Nature 409, 175 [2001] - Nature 409, 178 [2001]).

DRV

## Geochemie von Niob

Niob dürfte sich im Erdkern angereichert haben. Der Erdmantel enthält vermutlich keine größeren Reservoire des Elements.

Für Niob nahm man bisher einen lithophilen Charakter an, und deshalb sollte das Verhältnis von Niob zu anderen Elementen im Mantel dem ähneln, das man in Steinmeteoriten fand. Die Tatsache, dass in der Erdkruste und im oberen Mantel weniger Niob vorhanden war, als man erwarten musste, führte zu der Annahme, im tieferen Mantelbereich seien größere Vorräte an Niob "versteckt".

Geochemiker der Universität Bristol konnten nun zeigen, dass das Element Niob sich bei hohem Druck ebenso verhält wie das siderophile Element Vanadium: Niob schließt sich eher dem eisenhaltigen Erdkern an (Nature 409, 75 [2001]).

DRV

### Grundschüler für Naturwissenschaften motivieren

Verschiedene Studien haben gezeigt, dass viele Schüler nur wenig an Naturwissenschaften interessiert sind. Es fällt ihnen schwer, naturwissenschaftliche oder mathematische Probleme zu durchdringen, anspruchsvollere Aufgaben zu lösen und ihr Wissen auf neue Situationen anzuwenden. Die Gründe derartiger Defizite des mathematischen und naturwissenschaftlichen Unterrichts will man ietzt im Rahmen des Schwerpunktprogramms "Bildungsqualität von Schule" der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) erkunden.

In den bundesweit 23 Einzelprojekten des DFG-Schwerpunktprogramms sind Experten aus verschiedenen Fachdidaktiken, aus Pädagogik, Psychologie und Soziologie eingebunden. Sie sollen Maßnahmen entwerfen und erproben, mit denen sich die Bildungsqualität im mathematisch-naturwissenschaftlichen Unterricht an deutschen Schulen verbessern lässt. Dieses Schwerpunktprogramm der DFG ist

eine Reaktion auf die Studien, die unter dem Kürzel TIMSS (Third International Mathematics and Science Studies) bekannt wurden: Bei diesem internationalen Vergleich hatte sich herausgestellt, dass deutsche Abiturienten nicht besonders gut im mathematischen und naturwissenschaftlichen Unterricht abschneiden.

Auch an der Universität Würzburg forscht man auf diesem Gebiet. Bei dem auf sechs Jahre angelegten Würzburger Projekt der Entwicklungspsychologin Prof. Dr. Beate Sodian und des Physikdidaktikers PD Dr. Ernst Kircher wird die "Vermittlung von Wissenschaftsverständnis Grundschule" erforscht. Es ist neben einer gemeinsamen Projektgruppe der Universität Münster und des Max-Planck-Instituts für Bildungsforschung (Berlin) das einzige Vorhaben, das sich im Rahmen des Schwerpunktprogramms mit der Verbesserung des naturwissenschaftlichen Sachunterrichts schon in der Grundschule befasst.

Beate Sodian und Ernst Kircher betrachten fehlendes Wissenschaftsver-

ständnis bei Schülern und vermutlich auch bei Lehrern als eine wesentliche Ursache für die geschilderte Problema-Wissenschaftler wollen tik. Die zunächst die Effektivität von speziellen Unterrichtseinheiten untersuchen, mit wissenschaftsphilosophische Lerninhalte in der Grundschule vermittelt werden sollen. In der zweiten Phase des Projekts geht es um die Frage, welches Wissen der Lehrer für ihr pädagogisches Handeln bedeutsam Schließlich sollen in einer dritten Phase neue, alternative Unterrichtseinheiten für den Sachunterricht der Grundschule entwickelt und getestet werden.

Parallel zu den Untersuchungen im Klassenzimmer werden die Forscher auch Studien im außerschulischen Bereich durchführen. Sie interviewen die Eltern, um deren Einfluss auf das Wissenschaftsverständnis ihrer Kinder abschätzen zu können. Auch die populärwissenschaftliche Jugendliteratur und das dadurch indirekt vermittelte Wissenschaftsverständnis werden analysiert (Ernst Kircher, e-Mail: kircher@physik.uni-wuerzburg.de).

### Voller Text für Life Sciences

Die Fachinformationszentrum Chemie GmbH (FIZ CHEMIE BERLIN), hat ihre bisherige Familie der "ChemGuide"- und "PublishersGuide"-Internet-Suchmaschinen um einen neuen Dienst erweitert.

Intwickelt als eine Navigationshilfe und Suchmaschine für Wissenschaftler im Life Sciences-Bereich fungiert dieser neue "MedPharmGuide" als Schlüssel zu den weltweit verfügbaren medizin- und pharmarelevanten WebServern. Seit ihrer Markteinführung Ende Januar hat diese Suchmaschine inzwischen mehr als 1,5 Million URLs katalogisiert. Kostenlos abrufbar von FIZ CHEMIE BERLINs Web-site www.chemistry.de ("Datenbanken" anklicken) ist der MedPharmGuide eine leistungsfähige Volltext-Internet-Datenbank.

### "Nanosims" für Kosmos-Staub

Mit Hilfe einer Nanosims-Ionenmikrosonde untersuchen jetzt Forscher des Mainzer Max-Planck-Instituts für Chemie zum ersten Mal Meteoritenmaterie und interstellare Staubpartikel im Größenbereich von weniger als 100 Nanometern.

Die weltweit zweite Sonde ihrer Art ist ein Sekundärionen-Massenspektrometer der französischen Firma Cameca.

In den letzten Jahren wurden insbesondere präsolare Körner, die älter sind als das Sonnensystem selbst und sich direkt aus Auswurfmaterial von Sternen (Sternenstaub) gebildet haben, untersucht. Die Isotopenanalysen an präsolaren Staubkörnern, die in primitiven Meteoriten gefunden wurden, liefern Aussagen über die stellare Evolution

und die Elementbildung durch kernphysikalische Prozesse im Innern von Sternen, das Kornwachstum in Sternatmosphären und die galaktische chemische Evolution.

Die Messungen mit bisherigen Ionenmikrosonden waren auf Partikel mit

Durchmessern größer als 0,5 Mikrometer beschränkt, auf vergleichsweise große, nicht repräsentative Körner, denn die beobachteten Durchmesser präsolarer Mineralien - wie z.B. Diamant oder Siliziumkarbid - variieren zwischen einigen Nanometern und einigen Mikrometern. Die neue "Nanosims" ermöglicht eine räumliche Auflösung bis zu 30 Nanometer bei einerhohen Nachweisempfindlichkeit der Sekundärionen. Ein Vergleich von heutigem interstellarem Staub mit solchem aus Meteoriten und Kometen, der vor der Bildung des Sonnensystems, ist, kann wichtige Erkenntnisse über die galaktische chemische Evolution erbringen.

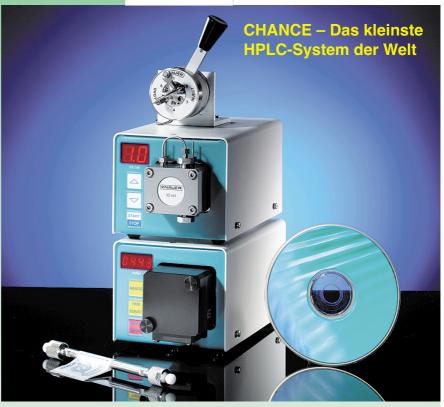
# HPLC - SMB - OSMOMETRIE

Seit 1962 entwickelt und vertreibt KNAUER Osmometer und Systemlösungen für die Chromatographie. Das sind fast 40 Jahre Erfahrung im technisch-wissenschaftlichen reich - eine solide Grundlage für eine hohe und gleichbleibende Qualität. Das heißt aber auch fast 40 Jahre Erfahrung im Umgang mit unseren Kunden - Quelle für neue Ideen und Verbesserungen und damit Fortschritt. Aber so, wie sich Zeiten und Gewohnheiten ändern, so ändern sich Ansprüche. Es war stets unser Ziel, diesen wachsenden und sich fortwährend wandelnden Anprüchen gerecht zu werden und unsere Kunden mit zuverlässigen und bedarfsgerechten Produkten zu bedienen. Dieses Ziel werden wir auch im Jahr 2001 nicht aus den Augen verlieren, dafür sorgt unter anderem unser bereits 1996 eingeführtes Qualitätsmanagement gemäß DIN EN ISO 9001. KNAUER ist schon seit Jahren ein Begriff, wenn es um hochwertige und zuverlässige Geräte und Systeme für die Mikro-, analytische oder präparative HPLC geht. So reicht die Palette vom kleinsten HPLC-System der Welt, dem CHANCE-System, bis hin zur großen SMB-Produktionsanlage, CSEP® C912, für die Gewinnung von Wertstoffen von bis zu







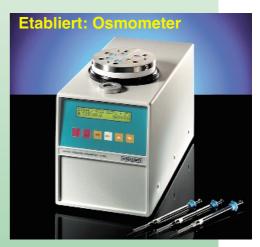


1.000 kg/Jahr. Zwischen diesen "Bereichsgrenzen, bietet KNAUER eine solide Vielfalt an zuverlässigen Analysensystemen sowohl für die Methodenentwicklung als auch für die Routine in nahezu allen Bereichen der chemischen Analytik und Qualitätssicherung; GLP-konform und softwaregestützt!

Ein weiteres, etabliertes Arbeitsgebiet von KNAUER ist die Osmome-



KNAUER stellt in der Zeit vom 27. - 29. März auf der InCom 2001 aus. Als Mitglied der Allianz für Chromatographie, AfC, bietet KNAUER ein umfassendes Vortrags- und Veranstaltungsprogramm sowie Workshops an. Wir freuen uns auf Ihren Besuch im Foyer zu den Hörsälen



trie. Hier bietet das Unternehmen seit Jahren erfolgreich Osmometer für die Medizin, Physiologie, Chemie und die Polymerchemie an.

Wissenschaftliche Gerätebau Dr. Ing. Herbert Knauer GmbH D- 14163 Berlin (Zehlendorf) Tel.: +49 (0)30 809 727 0 Fax.: +49 (0)30 801 50 10 E-Mail: info@knauer.net Internet: www.knauer.net

## Neue Eigenschaften für Textilien

Werkstoffe verdanken ihre Eignung für bestimmte Verwendungszwecke nicht nur ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften. Oft kommt es ganz besonders auf die Beschaffenheit der äußersten Molekülschicht an. Sie bestimmt schließlich, wie ein Material mit seiner Umgebung in Wechselwirkung tritt, ob beispielsweise ein Kunststoff benetzbar ist, ob eine Faser Wasserdampf durchlässt, ob ein Metall korrodiert oder wie ein Stoff Licht reflektiert. Damit wird es interessant, die Oberfläche zu gestalten, sie an gewünschte Anforderungen anzupassen oder sie mit neuen zusätzlichen Fähigkeiten auszustatten.

(DTNW) in Krefeld ein. Hier hat man begonnen, die Naturfasern Baumwolle und Viskose zu verändern, indem man auf ihrer Oberfläche natürlich vorkommende Polymere wie Chitosan, Dextrin, Proteine oder Pektinat chemisch verankerte. Kovalente Bindungen gewährleisten, dass sich die Biopolymere auch bei wiederholtem Waschen nicht lösen. Wenn nötig, vermitteln zusätzliche Vernetzer die Verknüpfung zwischen Faser und Polymer.

Als Anwendungsziele schweben den Forschern Textilien mit unterschiedlichem Zusatznutzen vor, wie z. B. Kleider, die Allergikern und Menschen mit sensibler Haut das Leben leichter machen oder medizinische Faserstoffe, die Medikamente abgeben, die Wundheilung unterstützen oder sich als Implantat eignen. Ein vielversprechender Kandidat könnte hier das Kohlenhydrat Carragheenan sein. Es ist den meisten als Dickungsmittel in Speiseeis bekannt. Die Lebensmittelindustrie schätzt es vor allem wegen seiner Fähigkeit, Gele zu bilden, in denen Wasser gebunden bleibt. Auf Textilien aufgezogen, könnte es die Feuchtigkeit im Mikroklima zwischen Kleidung und Haut angenehm regulieren. Das schwefelhaltige Polyanion hat aber noch andere, medizinisch vorteilhafte Eigenschaften: Es bindet Proteine, ließe sich also als Antiallergikum einsetzen und hemmt die Blutgerinnung. Man erwartet daher, dass mit Carragheenan ausgerüstete Implantate oder medizinische Filter blutverträglich sind.

ei manchen Stoffen ist das Aufbringen von geeigneten Schichten schon seit Jahrhunderten ein altbewährter Trick. Meist sollte er unerwünschte Materialschwächen ausgleichen und die Anwendungsbereiche erweitern. Zum Beispiel schützt das Lackieren oder Verzinken Eisenteile vor Rost, so dass sie auch im Freien gute Dienste tun. Heute beruhen viele Neuerungen und Verbesserungen darauf, dass die Vorteile zweier Werkstoffe glücklich kombiniert werden konnten, dass es beispielsweise gelang, die leichtgewichtigen, aber weichen Brillengläser aus Kunststoff mit einer kratzfesten Oberfläche zu versehen.

Auch für Textilien aus Natur- oder Kunstfasern suchen Wissenschaftler und Ingenieure nach neuen Veredlungsverfahren, um den Tragekomfort zu erhöhen oder um neue spezielle Eigenschaften zu erzielen. Am Wollforschungsinstitut in Aachen gelang es vor einigen Jahren, der Wollfaser durch Oberflächenmodifizieung die typische Kratzigkeit zu nehme und ihr das Verfilzen abzugewöhnen.

Einen andern, allgemeiner angelegten Weg schlägt das Deutsche Textilforschungszentrum Nordwest e. V. Abb. 1:
Natürlich vorkommende
Polymere, die permanent
auf Fasermaterial verankert wurden
(Laborversuche)
A: Heparin, B:
Dextrin, C:
Chitosan, D:
Protein,
E: Pektinat.

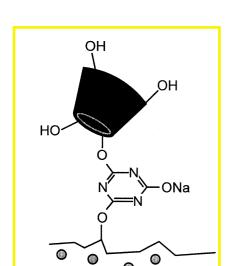


Abb. 2: Fixierung von Monochlortriazinyl-β-Cyclodextrin auf textilen Oberflächen.

## Cyclodextrin-Ausrüstung von Naturfasern

Von den zahlreichen Möglichkeiten, die Oberfläche von Textilien zu funktionalisieren, verfolgte die Krefelder Forschergruppe um Dierk Knittel die Ausrüstung von Baumwolle und Viskose mit Cyclodextrin. Das weiße Pulver ist eine Art Stärke. Es zeichnet sich dadurch aus, dass seine Glukose-Bausteine zu Ringen angeordnet sind und in dem so entstandenen Hohlraum leicht niedermolekulare Verbindungen wie z. B. Geruchstoffe aufnehmen und binden. Diese Besonderheit wollten die Wissenschaftler für Textilien nutzen, um unliebsamen Schweißgeruch zu verhindern. Mit Hilfe einer Ankergruppe, dem Monochlortriazinyl-Natrium-Salz, gelang es ihnen, Cyclodextrin waschecht an die Zellulosefaser zu koppeln. Derart imprägnierte Baumwoll-Trikotunterwäsche bewies im Tragetest, dass sie tatsächlich deutlich länger frisch blieb. Cyclodextrin absorbiert nämlich bereits die neutralen Schweißbestandteile, bevor die Hautbakterien sie zu der unverwechselbaren Duftnote umsetzen können. Das neue Mittel wirkt aber nicht nur als Geruchsfresser. Leicht parfümierte Kleider bewahren dank Cyclodextrin einige Tage lang ihren Wohlgeruch. Beim Waschen geben die Käfigmoleküle ihre Fracht ab und sind dann erneut aufnahmebereit. Nach etwa 50 Waschvorgängen lässt ihre Wirkung nach.



Auch in der Medizin könnte die Cyclodextrin-Ausrüstung gute Dienste leisten. An Kleidungsstücke oder anderes Fasermaterial gebunden, ließen sich die Molekülkäfige mit Therapeutika füllen, die dann über Hautkontakt allmählich an den Körper abgegeben würden. Vor allem Menschen mit empfindlicher oder kranker Haut könnten so Linderung finden. Denkbar ist auch eine Beladung mit Insektenschutzmitteln oder antibakteriell wirkenden Verbindungen für besondere Anwendungen. Hier gibt es zahlreiche Ansatzpunkte für weitere umfangreiche Forschungsarbeiten.

Cyclodextrine (auch Schardinger-Dextrine, Cycloamylosen oder Cycloglukane) sind die wohl ungewöhnlichsten Stärkearten. Ihre sechs, sieben oder acht a-1,4- verknüpften Glucoseeinheiten (α-, β- und γ-Cyclodextrin) sind zu einem Ring angeordnet. Dabei zeigen die Hydroxyl- bzw. Hydroxymethylgruppen nach außen und machen das Molekül wasserlöslich. Innen entsteht ein hydrophober Hohlraum. In diesem molekularen Käfig finden sich gern unterschiedlichste, wenig polare Gastmoleküle ein, die dann stabilisiert und "wasserlöslich,

Zur Herstellung lässt man Cyclodextrin-Glykosyl-Transferasen (CGTasen) auf lösliche Stärke einwirken. Enzymlieferanten sind Bacillus-Arten (B. macerans oder B. megaterium) und Klebsiella pneumoniae.



## Innovationspreis 2000

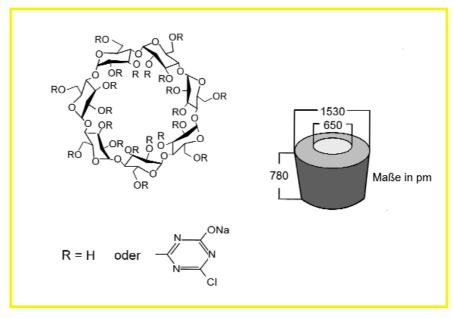
Eine erste Anerkennung erhielten die Krefelder Forscher bereits mit dem Innovationspreis 2000, den ihr der Wissenschaftliche Beirat des "1. Internationalen Avantex-Symposiums" Ende letzten Jahres verlieh. Die unter der Schirmherrschaft der Europäischen Kommission in Brüssel stehende Avantex ist ein internationales um für Hochtechnologie-Bekleidungstextilien und Fashion Engineering.

Noch ist die geruchshemmende Kleidung auf dem Markt nicht erhältlich. Aber das könnte sich bald ändern, denn die Industrie zeigt reges Interesse. Ein Münchner Konzern (Fa. Wacker) hat bereits die Produktion des Cyclodextrinderivats (Handelsname Cavasol), ein Patent des Textilforschungszentrum, aufgenommen, und erste Textilveredler planen, in den nächsten Jahren Wäsche mit permanenter Antischweiß-Ausrüstung anzubieten.

KAE

#### Weitere Auskünfte:

Dr. Dierk Knittel, DTNW, Adlerstr.1 47798 Krefeld Tel.: 0 21 51/8 43-1 65 E-Mail: knittel@dtnw.de



Anhand der Topfstruktur werden die Abmessungen des Cyclodextrinrings deutlich.

## Wissenswertes rund um das Wasser

Die letzte Eiszeit auf der Erde gab es vor ungefähr 21 000 Jahren. Die meisten Menschen denken: Was soll's, die Zeit ist vorbei. Doch Forscher auf der ganzen Welt denken da anders und analysieren globale Zusammenhänge, um Vorhersagen für die Zukunft der Erde machen zu können. CLB stellt einige Ausschnitte von Beobachtungen, Forschungsarbeiten und ihren Anwendungen rund um das Wasser vor.

er größte Teil der Erdoberfläche es sind 71 Prozent – wird von den Ozeanen eingenommen. Ihnen kommt im Klimasystem der Erde eine bedeutende Rolle zu. In diesem Zusammenhang ist das Dichte-Maximum des Wasser bei +4 °C und die gute Löslichkeit für z. B. Natriumchlorid von Bedeutung. Durch den Salzgehalt der Meere werden die Dichte-Eigenschaften des Wassers deutlich verändert. Im Ozean liegt das Dichtemaximum deshalb nicht bei +4 °C, sondern unter 0 °C. Die Folge ist, dass abgekühltes Oberflächenwasser absinkt und durch aufsteigendes wärmeres Tiefenwasser ersetzt wird. So wird bei der Eisbildung von Meerwasser viel mehr Wärme an die Umgebung - das ist die Atmosphäre-- abgegeben als bei "Süßwasser". Wichtige Klimafaktoren sind auch die Strömungssysteme der Weltmeere und die windgetriebenen Oberflächenströmungen der Meere.

## Der Ozean wird saurer

Der Ozean ist ein großer Speicher für Kohlenstoffdioxid. Mittlerweile enthält Meerwasser rund 50mal mehr CO<sub>2</sub> als die Atmosphäre. Etwa die Hälfte des vom Menschen durch fossile Energienutzung freigesetzten Kohlenstoffdioxids wird von den Meeren, der Rest von der Atmosphäre aufgenommen. Der globale Temperaturanstieg wird dadurch zwar gemindert, aber die ständige CO<sub>2</sub>-Aufnahme hat im Meer Folgen: Der pH-Wert sinkt, das Meerwasser wird saurer und die Fähigkeit zur CO<sub>2</sub>-Aufnahme geht zurück. Die Wissenschaftler des Zen-



Abb. 1: Versickerungsbecken an der Ruhr: Grundwasser wird über Filterbecken mit Ruhrwasser angereichert. (Foto: Gelsenwaser AG, Gelsenkirchen).

trums für marine Umweltwissenschaften MARUM fürchten, dass die Pflanzen und Tiere im Meer diesen Wandel zu spüren bekommen und es z. B. den Kalkalgen in dem saurer werdenden Milieu immer schwerer fällt, ihre schützende Kalkhülle aufzubauen. Um die Pflanzenproduktion im Meer anzukurbeln und so die Aufnahmefähigkeit der Ozeane für CO<sub>2</sub> zu erhöhen, wird verstärkt diskutiert, Teile des Weltmeeres mit gelöstem Eisen, einem Spurenstoff für Pflanzen, zu düngen.

#### Die Ozeane als Abfalltonne

Die Meere sind eine Nahrungsquelle für den Menschen und bieten eine Möglichkeit, Waren zu transportieren. Zahlreiche Branchen stehen mit dem Meer in Zusammenhang oder sind sogar von ihm abhängig. Werden die Meere geschädigt, so haben diese Branchen darunter zu leiden.

Eine Abladestelle für Müll dürfen die Ozeane auf keinen Fall sein. Trotzdem schätzt man, dass jedes Jahr 6,5 Millionen Tonnen Abfall ins Meer gelangen. Havarien mit bekannter Ladung bescherten den Meeren seit 1990 u. a. 3,9 Millionen Lego-Figuren, 500 000 Bierdosen und 29 000 Bade-

wannenspielzeuge. Der größte Teil der Badewannenspielzeuge zirkuliert im nördlichen Pazifik und diente einer neuen Berechnung der Strömungsverhältnisse. Die Ölunfälle sind durch die Berichte im Fernsehen genügend bekannt. Man schätzt, dass der Mensch jährlich insgesamt 2,57 Millionen Tonnen Öl ins Meer entlässt, und das ist zehnmal mehr als der Eintrag über natürliche Quellen.

Wie bei den Flüssen und Seen auf dem Land gibt es auch im Meer eine Eutrophierung, also verstärktes Algenwachstum durch erhöhte Nährstoffzufuhr. Diese Erscheinung ist am besten von Satelliten oder Flugzeugen aus zu erkennen, zum Beispiel in der Adria, wo jährlich mehr als 25000 Tonnen Phosphat und mehr als 30000 Tonnen Stickstoff (in Form von N-Verbindungen) hauptsächlich vom Po in die Adria gespült werden.

Neben Kunststoffteilen, Öl und Phosphat gibt es noch weitere Stoffe, die in die Meere gelangen. In den Jahren 1986 bis 1995 arbeitete ein Muschel-Monitoring. Für PCB – diese seien als Beispiel genannt – gab es 186 Probennahmestellen. In einem Fall wurde eine Zunahme in den Muscheln



festgestellt, in 37 Fällen ein Abnahme, aber in 148 Fällen kein Trend.

#### Die Ozeane als Ressourcen

Dass sich die Gewinnung von Gold aus Meerwasser nicht lohnt, hat sich bereits vor Jahrzehnten gezeigt. Der Mensch wird aber nicht müde, in den Ozeanen nach Rohstoffen zu suchen, er muss es wohl auch.

In den unterseeischen Kontinentalhängen können ab 500 Meter Tiefe und bei Temperaturen nahe dem Gefrierpunkt Bedingungen herrschen, unter denen es zur Ausbildung von Methanhydrat kommen kann: Wassermoleküle halten verdichtetes Methan gefangen. Oberhalb des Gefrierpunktes dieses Wassers entweicht das Methan. Es handelt sich hier um gigantische Energiequellen. Doch beim Abbau dieser Quellen ist größte Vorsicht geboten. Entweicht das Methan unkontrolliert, so entsteht weiteres Treibhausgas mit viel stärkerer Wirkung als Kohlenstoffdioxid.

Ein weiteres Beispiel von Ressourcen im Meer sind die Verbindungen in marinen Ökosystemen. Die in Pflanzen und Tieren vorkommenden Stoffe sind für die Pharmabranche äußerst interessant. Erwähnt werden sollen auch die hyperthermophilen Bakterien der Tiefsee. Der potentielle Wert für ihre industrielle Nutzung wird auf jährlich drei Milliarden US-Dollar geschätzt.

Die Erzförderung in der Tiefsee hat sich nicht so entwickelt, wie man dies anfangs erwartet hatte - vor allem wegen der enormen Kosten. Doch eine Goldgewinnung an einem Vulkankegel in 1000 m Tiefe in Papua-Neuguinea scheint möglich. Also doch Gold aus dem Meer, aber nicht aus dem Wasser.

#### Methan aus Gewässern

Kohlenstoffdioxid ist nicht das einzige Treibhausgas. Auch Methan gehört zu den 'greenhouse gases'. Es trägt mit rund 15 Prozent zum Treibhauseffekt bei und ist als Treibhausgas 20mal wirksamer als Kohlenstoffdioxid. Doch wie gelangt es in die Atmosphäre?

1993 wurde in einem Forschungsbericht veröffentlicht, dass in Deutschland die Abfalldeponien (33 bis 41 Prozent), die Viehhaltung (25 bis 35 Prozent) und der Kohlebergbau (18 bis 23 Prozent) die drei Bereiche mit den höchsten Anteilen an der Methan-Gesamtemission

sind. Der Anteil von Gewässern an der Methan-Emission beträgt nur fünf Prozent, ist aber immerhin fünfmal größer als die Anteile von Abwasserreinigungsanlagen, Verkehr, Feuerungsanlagen und Biomasseverbrennung, deren Anteil je ein Prozent beträgt.

Von den Gewässerarten hat erstaunlicherweise das Grundwasser einen Anteil von drei Prozent an der Gesamtemission; es folgen Feuchtgebiete mit 1,7 und Oberflächengewässer mit 0,3 Prozent.

Das Bett von ausgebauten Flüssen ist anders beschaffen als das von naturnahen Flüssen. Während es in Flüssen mit Schiffsverkehr als Folge der Turbulenz kaum zur Ablagerung von Feinsedimenten kommt, ist das Bett von naturnahen Flüssen ständigen Veränderungen unterworfen, und es kann sich hier ein kleinräumiges Nebeneinander von unterschiedlicher Sohlenbeschaffenheit ausbilden.

Bei staugeregelten Flüssen ist die Fließgeschwindigkeit des Wassers im Gegensatz zu freifließenden Flüssen grundsätzlich vermindert. Bei abflussreichen Flüssen (Main, Mosel, Donau, Rhein) sind die Bereiche mit Sedimentablagerungen weniger ausgedehnt als bei abflussarmen Flüssen (Saar, mittlerer Neckar, Fulda und Altmühl).

Sedimente mit viel organischem Material zeigen intensive Abbauprozesse. Ist der Sauerstoff verbraucht, setzen anaerobe Prozesse wie Denitrifikation, Nitrat-Ammonifikation, Desulfurikation und Methangärung ein, und es entstehen u. a. Schwefelwasserstoff, Stickstoff und Methan. Die Vorgänge in den Sedimentschichten sind ganz unterschiedlich, z. B. können aus Schwefelwasserstoff und im Wasser enthaltenen Schwermetallionen Sulfide entstehen, die den Sedimenten eine dunkle Farbe verleihen. Die aus den Sedimenten an die Oberfläche des Gewässers steigenden Gasblasen bestehen hauptsächlich aus Methan.

Die Sedimente tragen durch die Denitrifikation zu einer Verringerung der durch den Menschen verursachten höheren Nitratkonzentration bei, und die ablaufenden Reaktionen entfernen auch Stoffe (z. B. Halogenderivate, aromatische Nitroverbindungen), die aerob kaum abgebaut werden. So gesehen haben die Sedimente, die sich in Flüssen mit Flussstauhaltungen und in naturnahen Flüssen bilden, keine so großen negativen Auswirkungen wie andere Methanquellen.

## Wassermangel droht

Ein Mangel an sauberem Wasser wird für die nächsten Jahrzehnte prognostiziert. Die Folgen des Wassermangels könnten sogar gravierender als die der Klimaveränderung sein. Dies belegen UNO-Statistiken und Computersimulationen an der University of New Hampshire, Durham (USA). Bereits 1995 waren rund 1,5 Milliarden Menschen mäßig bis schlecht mit sauberem Wasser versorgt, und 450 Millionen hatten unter schwerem Wassermangel zu leiden. Zwar werden die zu erwartenden Klimaveränderungen keinen Einfluss auf den Wassermangel haben, aber als Folge des Bevölkerungswachstums werden im Jahre 2025 von den mehr als acht Milliarden erwarteten Menschen voraussichtlich mehr als zwei Milliarden unter schwerem Wassermangel lei-

Genügend Wasser wird es auch weiterhin in den feuchten Tropengebieten geben. Doch wird es schwierig sein, dort für sauberes Wasser zu sorgen und damit eine Gesundheitsgefährdung zu vermeiden. Die Bereitstellung von sauberem Wasser wird auch in den Großstädten und Ballungsgebieten nicht einfach sein, werden dort doch fünf Milliarden Menschen leben.

#### **Keimfreies Trinkwasser**

In Deutschland werden im Durchschnitt pro Einwohner täglich 150 Liter Wasser verbraucht. Es wird von Wasserverbänden oder den Kommunen gehörenden Firmen bereitgestellt (vgl. Abb. 1). Sie entnehmen es Tiefen- oder Oberflächenbrunnen und bereiten es auf. Bei der Aufbereitung werden dem Wasser z. B. Eisen- und Aluminium-Ionen in wohldosierter Menge als Fällungsmittel





Abb. 2: Wedeco-K-Anlagen für die Trinkwasserdesinfektion. (Foto: Wedeco AG, Düsseldorf).

zugesetzt. Eine Behandlung mit Ultraschall und eine Filtration schließen sich an, so dass am Ende ein klares, partikelarmes Wasser vorliegt, das allerdings noch Mikroorganismen enthalten kann. Deswegen schließt sich oft eine Desinfektion an, bevor das Wasser in das Verteilernetz eingespeist wird.

Die Wasserdesinfektion wird derzeit in 90 Prozent der Fälle mittels Chlorung durchgeführt. Sie hat Nachteile: So kann es zur Überdosierung oder zum Austritt des Chlorungsmittels kommen. Das Verfahren ist nicht kontinuierlich durchzuführen, und zur Behandlung sind einige Minuten nötig. Außerdem können sich chlorierte Nebenprodukte bilden, die im Verdacht stehen, gesundheitsschädlich zu sein. Der Einsatz von Chlorungsanlagen ist rückläufig. Laut einer Studie wird die Chlorung von Trinkwasser im Jahre 2005 auf dem Markt nur noch einen Anteil von 55 Prozent haben. Obwohl die Investitionskosten für Anlagen zur Trinkwasserentkeimung mit ultraviolettem Licht höher liegen, wird ihr Anteil von 12 Prozent im Jahre 2000 auf 30 Prozent im Jahre 2005 wachsen.

Der Wahnbachtalsperrenverband (Siegburg/Bonn) versorgt 700 000 Einwohner mit Trinkwasser und hat eine Jahreskapazität von 50 Millionen Kubikmeter Wasser. Er verzichtet jetzt auf die Chlorung und setzt auf die UV-Technik. Es werden Iridium-Amalgam-Strahler eingesetzt, in denen die UV-Strahlung durch kurzzeitiges Ver-

dampfen eines Iridium-Amalgams entsteht. Die Strahlung wirkt auf die DNA von Mikroorganismen und Viren ein und inaktiviert diese dadurch, so dass die Ausbreitung von Krankheitserregern unterbunden wird.

Die UV-Desinfektion ist eine gänzlich andere Technik als die Chlorung. In der Mitte der Edelstahlreaktoren der Wedeco AG (vgl. Abb. 2) sind mehrere Strahler quer zur Strömungsrichtung des Wassers angebracht. Die maximale Durchflussleistung einer Desinfektionseinheit beträgt 13700 Kubikmeter Wasser pro Stunde; der Wahnbachtalsperrenverband ist damit Betreiber der weltweit größten UV-Desinfektionsanlage. Um eine Abtötung von mindestens 99,99 Prozent aller durch den UV-Reaktor strömenden Mikroorganismen zu gewährleisten, können mehrere Strahlereinheiten hintereinander geschaltet werden. Dies ist zum Beispiel bei erhöhter Trübung des Wasser erforderlich. Sensoren schlagen Alarm, wenn aus irgendeinem Grund die Leistung der UV-Entkeimung abfällt.

REELL

#### Literatur

www.marum.de

Mitteilungsblatt 2/2000 der Fachgruppe Umweltchemie und Ökotoxikologie der Gesellschaft Deutscher Chemiker.

Deutsches Klimarechenzentrum: www.dkrz.de Zentrum für marine Umweltwissenschaften MARUM:

Naturwissenschaftliche Rundschau, 53. Jahrgang, Heft 11/2000, Seite 587.

Wasser & Boden, 52. Jahrgang, Heft 11/2000, Seite 42. Umwelt, Band 30 (2000), Nr. 10/11, Seite 42.

## **Neues Propylenoxid-Verfahren**

Die Degussa AG ist weltweit der zweitgrößte Hersteller von Wasserstoffperoxid und stellt pro Jahr rund 430000 TonnenWasserstoffperoxid in acht Ländern her. Das Unternehmen hat ein neues Verfahren zur Herstellung von Propylenoxid entwickelt, bei dem Wasserstoffperoxid benötigt wird, und einen auf dieses Verfahren abgestimmten Katalysator erforscht. Mit dem neuen Verfahren will Degussa neue Märkte für Wasserstoffperoxid erschließen. Zur Umsetzung in die Technik hat Degussa mit dem Engineering-Unternehmen Krupp Uhde GmbH, Dortmund, im Januar 2001 einen Kooperationsvertrag exklusiven schlossen.

Bisher wird Propylenoxid hauptsächlich nach dem Chlorhydrin-Verfahren

und nach dem Propylenoxid-Styrolmonomer-Verfahren hergestellt. Im ersten Fall entsteht eine chloridhaltige Ablauge, im zweiten werden große Mengen an Styrol-Monomer generiert. Bei dem neuen Verfahren wird Propylenoxid durch katalytische Oxidation von Propylen mit Wasserstoffperoxid gewonnen:

$$H_3C-CH=CH_2 \rightarrow H_3C-CH-CH_2$$

Es entsteht kein Koppelprodukt, außerdem wird das Verfahren preisgünstiger als die bisherigen sein.

Propylenoxid (PO) wird zur Herstellung von Polyurethan- und Polyester-Vorprodukten gebraucht. Die Chemikalie besitzt überdurchschnittliche Wachstumsraten. Bereits 1995 wurden weltweit über 4 Millionen Tonnen PO hergestellt.

# Keine Angst vor der Globalisierung

Die deutsche chemische Industrie hat sich früher und intensiver als andere Industriezweige weltweit auf allen wichtigen Märkten engagiert und die Chancen der Globalisierung genutzt. Wie Dr. Manfred Schneider, Vorstandsvorsitzender der Bayer AG und derzeit Präsident des Verbandes der chemischen Industrie (VCI), im Januar vor der Presse ausführte, werden in Deutschland die Auswirkungen der Globalisierung u. a. mit Ängsten um Arbeitsplätze und Löhne verbunden. Ein wissenschaftliches Forschungsprojekt hat jedoch gezeigt, dass die Globalisierung allen Beteiligten nämlich den Industrie-, den Entwicklungs,- Schwellen- und Reformländern die Chance bietet, den Wohlstand zu steigern. Wenn Produkte weltweit angeboten werden, können die Verbraucher die besten und preisgünstigsten Produkte auswählen.

Zwar ist die Zahl der Arbeitsplätze in der deutschen chemischen Industrie in

den letzten zehn Jahren zurückgegangen, doch hängt jeder zweite Arbeitsplatz in diesem Industriezweig vom Export ab, so dass sich die Globalisierung als stabilisierender Faktor auswirkt. Ohne Globalisierung gäbe es wesentlich weniger Beschäftige in der deutschen chemischen Industrie.

Die Studie hat auch gezeigt, dass die Globalisierung nicht das Ende einer nationalstaatlichen Sozial-, Umwelt- und Steuerpolitik bedeutet. Wenn der Versuch unternommen wird, sich dem globalen Wettbewerb durch Regulierungen auf europäischer Ebene zu entziehen, so würde dies eine Schwächung der Wettbewerbsfähigkeit der europäischen Staaten insgesamt bedeuten. Sofern globaler Handlungsbedarf wie beim Klimaschutz oder beim Schutz geistigen Eigentums besteht, haben internationale Regelungen ihre Berechtigung. Auch bei der Bewertung von chemischen Stoffen ist internationale Zusammenarbeit sinnvoll.

## Hochreines Wasser in Höchst

Durch ein neues Verteilsystem mit mehr als 13 km Rohrleitungen erhalten 20 Betriebe im Industriepark Höchst, die Arzneimittel oder Lebensmittelzusatzstoffe herstellen, seit Ende vergangenen Jahres hochreines Wasser. Das vollent-

salzte Brunnenwasser wird permanent umgepumpt. Durch ständige Zudosierung von geringen Mengen Ozon wird die Keimfreiheit sichergestellt; Ausgleichsbehälter fangen Spitzenverbräuche im Rinsystem ab.

## Aus den Firmen

Zur Herstellung von Superabsorbern besitzt die BASF AG Kapazitäten in Deutschland, England und den USA. Im Januar nahm das Unternehmen eine neue Anlage für Superabsorber mit einer Jahreskapazität von 20000 Tonnen in Rayong (Thailand) in Betrieb. Eine weitere Anlage ist in Belgien in Bau, sie soll Ende 2003 in Betrieb gehen. Superabsorber sind schwach vernetzte Natriumpolyacrylate. Sie können Flüssigkeiten bis zum 25fachen ihres Eigengewichts aufnehmen und werden zum Beispiel in Babywindeln eingesetzt.

Um mehr Ethylen-Propylen-Dienkautschuk produzieren zu können, erweitert die **Bayer AG** die Anlage in Marl um eine dritte Produktionsstraße (60000 Tonnen Jahreskapazität) und modernisiert die Anlage in Orange, Texas. Ab 2003 beträgt die Gesamtkapazität für diesen Chemiewerkstoff dann 185000 Tonnen pro Jahr. Der Kautschuk (Handelsname Buna<sup>®</sup> EP) wird hauptsächlich in der Automobilindustrie sowie in der Bauund Kabelindustrie eingesetzt.

Die Ice Field Dry Ice Engineering GmbH wurde 1998 gegründet und ist seit August 1999 mit 15 Stamm-Mitarbeitern im Industriepark Höchst vertreten. Das Unternehmen kann in einem Druckverfahren mit granuliertem Trockeneis zwar auch Graffitis entfernen, Kernaktivität sind aber anspruchsvolle Reinigungsaufgaben in der Industrie. Schwerpunkt ist die Reinigung mit maximal 28 bar, es gibt aber auch Reinigungen mit maximal 6 bar. Es kann bei laufenden Produktionsprozess gereinigt werden, und es fällt kein Strahlgut an. Trockeneis-Pellets werden mit hoher Geschwindigkeit auf die zu reinigende Oberfläche geschleudert. Bei der sofortigen Sublimation kommt es durch die Volumenvergrößerung um das rund 800-fache zu einer Mikro-Explosion. Einziger Rückstand ist die zu entfernende Verunreinigung.

Im Industriepark Höchst werden jährlich 400 Millionen Kubikmeter Wasser benötigt. Der Einsatz macht aber nur 20 Prozent aus, denn das Wasser wird in hohem Maße im Kreislauf gefahren und im Durschnitt fünfmal wiederverwendet. Nach Herkunft und Aufbereitung handelt es sich um acht Wasserarten.

## **Biochemie**

Bei CompuChem in Niedernhall (www.compuchem.com) sind zwei neue CDs erschienen (BioChem und Cell-Chem), die Anhänger der Multimedia-Technik begeistern werden und nicht nur für junge CLB-Leser gewinnbringend genutzt werden können. Die beiden CDs ermöglichen interaktives Lernen bei individueller Lerngeschwindigkeit. Hier kann nur ein Bruchteil des Inhalts vorgestellt werden.

Auf der CD **BioChem** werden auch größere Moleküle, wie die Coenzyme ATP und NADH + H<sup>+</sup>, stufenweise und dadurch übersichtlich am Bildschirm als Molekülmodelle aufgebaut, und es werden die für das biochemische Verständnis wichtigen Grundlagen wie chemisches Gleichgewicht oder exergonische/endergonische Reaktionen behandelt. Bei den

Kohlenhydraten wird u. a. die Fischer-Projektion erklärt. Alle biologisch wichtigen Zucker werden in mit der Maus drehbaren Strukturen vorgestellt.

Der Glykolyse wird ein Vergleich der Energiegewinnung zwischen Atmung und Gärung vorangestellt. Über das Acetyl-S-Coenzym A geht es zu den Einzelschritten des Citronensäurezyklus. Jede Reaktion wird in dreidimensionalen Molekülmodellen dargestellt. Sehenswert ist die detaillierte Darstellung des Aufbaus der Mitochondrien. Es wird in Animationen gezeigt, wie Protonenpumpen einen Gradienten, der die ATP-Synthetase antreibt, ausbilden.

Nachdem alle für das Verständnis der Atmungskette erforderlichen Schritte aufgezeigt wurden, folgt eine Zusammenfassung und ein Test zur Überprüfung des Erlernten.

Die CD **CellChem** beginnt mit einem virtuellen Gang durch die Zelle. Alle für

das Verständnis der Informationshandhabe der Zelle erforderlichen Zellstrukturen werden hier vorgestellt. Später werden z. B. nach einer Übersicht über den Informationsfluss in der Zelle die Vorgänge bei

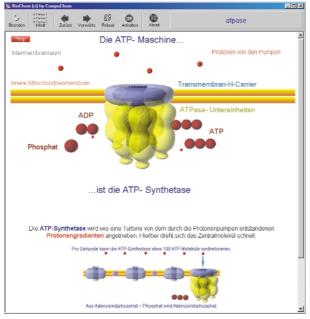
der Transkription und Translation in zwölf Abschnitten in Sequenzen wie 'Aufbau der tRNA', 'Aktivierung der Aminosäuren' oder 'Proteinbiosynthese an den Ribosomen' dargestellt.

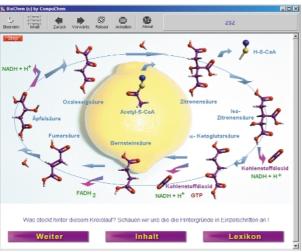
Ein großes Kapitel ist den Aminosäuren und der Peptidchemie gewidmet. Hier werden alle zwanzig wichtigen Aminosäuren in drehbaren Strukturen gezeigt. Auf einen Mausklick hin kann zusätzlich deren biologische Bedeutung bzw. die Strukturformel abgefragt werden. Nach der Kondensation der Aminosäuren zu Peptiden wird die Verknüpfung der Peptide über Disulfidbrücken, Ionenbrücken usw. anhand dreidimensionaler Modelle gezeigt.

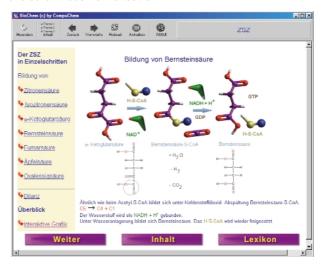
Im Kapitel 'Gentechnische Untersuchungen' wird u. a. trickfilmartig gezeigt, wie man mit Hilfe der Restriktionsenzyme und der gelelektrophoretischen Auftrennung von DNA-Fragmenten zum Aufstellen einer Genkarte kommt. Auch sehr komplexe Vorgänge wie die Invitro-Replikation der DNA und das Erstellen statistischer Bruchstücke durch den Einbau von Didesoxynucleotiden bei der Sequenzierung werden durch die multimediale Darstellung verständlich. Den Abschluss bildet ein interaktiver Sequenz-Baukasten und ein Test zum Basiswissen der Sequenzanalyse.

Abbildungen unten: Für die biochemischen Kreisläufe wird in den hier vorgestellten Multimedia-CDs von Compuchem eine neue Moleküldarstellung eingesetzt, bei der auch die Bindungstypen angezeigt werden. Sie ermöglicht sowohl die links abgebildete Zusammenschau als auch durch Anklicken der Moleküle die rechts gezeigte, beim Arbeiten am Bildschirm animierte Darstellung der Einzelschritte.

Abbildung links: Neben Molekülanimationen werden in den Biochemie-CDs von CompuChem auch Modelle, wie die Vorgänge an der ATP-Synthetase, trickfilmartig dargestellt. Eine Grafik sagt oft mehr als viele Worte; bei animierten Grafiken hat der Text häufig nur noch die Funktion einer Zusammenfassung. Die Animationen lassen sich durch einen STOPP-Knopf anhalten und durch Mausklick fortsetzen.







## Chemie lernen und nachschlagen

Dietrich Strauss: Chemie für die pharmazeutische Praxis.

Lehrbuch und Nachschlagewerk. 6., überarbeitete und aktualisierte Auflage. XX + 636 Seiten mit 490 Abbildungen und 140 Tabellen. Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart 2000. ISBN 3-7692-2606-2. DM 128,-.

Lässt man die Einführung und das mit 57 Seiten erfreulich umfangreiche Sachregister außer Acht, so sind es drei große Teile, die das für pharmazeutisch-technische Assistenten bestimmte Buch ausmachen: Allgemeiner Teil, Anorganische Chemie, Organische Chemie.

Im allgemeinen Teil behandelt der Autor Themen wie die Materie und ihren

Aufbau, Bindungstypen, chemische Reaktion, Gravimetrie und Volumetrie letztere wird von der Arzneibuchanalyse bevorzugt. Im anorganischen Teil geht der Autor nach den Gruppen des Periodensystems vor und beschreibt bei den Elementen und Verbindungen selbstverständlich auch die für den Leserkreis wichtigen Besonderheiten wie toxikologische und pharamakologische Eigenschaften. Der organische ist der umfangreichste der drei Teile. Vor den einzelnen Verbindungsgruppen werden Fragen wie Isomerien und Reaktionsabläufe behandelt. Ganz auf die Zielgruppe abgestimmt wird z. B. die Chemie der Kunststoffe nur kurz, dafür aber ihre pharmazeutische

mediziniund sche Verwendung behandelt. Immer wieder stößt man auf pharmazeutische Anwendungen (z. B. Methadon), auch modernste (z. B. Viagra).

Wegen der

Chemie für die pharmazeutische Praxis
Lehrbuch und Nachschlagewerk

6. Auflage

Berücksichtigung der Pharmazie in diesem Buch wird es hier vorgestellt. Die Anschaffung für Leser mit diesem Interessengebiet lohnt sich durchaus. Satz, Formeln und Layout sind hervorragend.

R. Ellmer

## **Arzneistoff-Biotechnologie**

Wolfgang Kreis, Diethard Baron und Günther Stoll: **Biotechnologie der Arzneistoffe**.

Grundlagen und Anwendungen. 368 Seiten mit 92 Abbildungen und 57 Tabellen. Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart 2001. ISBN 3-7692-2310-1. DM 98,-.Wolfgang Kreis, Diethard Baron und Günther Stoll: **Biotechnologie der Arzneistoffe**.

Die drei Autoren – von einer Universität, einer Fachhochschule und einer Arzneimittelfirma – schreiben in ihrem Vorwort, dass das Buch als Leitfaden für die interdisziplinäre Darstellung einer

Biotechnologie für Pharmazeuten dienen kann. Ich bin der Ansicht, dass man den Kreis der Nutzer des Buches auf Chemiepraktiker – und damit auf CLB-Leser – ausdehnen kann, da viele Fakten verständlich erklärt werden, die in einem üblichen Chemie-Lehrbuch meist schon aus Platzgründen nicht erwähnt werden.

An eine gelungene Einführung schließen sich die Methoden an, u. a. Proteinreinigung, -Charakterisierung, DNA-Reinigung und -Übertragung in Zellen, Analytik in der Gentechnologie. Das nächste Kapitel ist dem biotechnologischen Prozess gewidmet, u. a. Nährmedi-

en, Reaktoren, Mess- und Regeltechnik. Es folgen die drei wichtigen Kapitel über mikrobielle Produkte, pflanzliche Zell- und Gewebekulturen als Arzneistoffproduzenten und Pro-



dukte tierischer und menschlicher Zellen. Kapitel über Gesetze und Akzeptanz schließen das gut gemachte Buch ab.

R. Ellmer

# Schulungen und Unterweisungen

Elvira Moeller und Michael Scheutwinkel: Schulungs- und Unterweisungsfolien für das Labor.

WEKA-Praxishandbuch. Loseblatt-sammlung im DIN A4-Ordner (130 Farbfolien und 160 Druckseiten) mit einer CD-ROM. WEKA Fachverlag für technische Führungskräfte, Augsburg 2000. ISBN 3-8111-7115-2. DM 268,–.

Der Inhalt dieses prall gefüllten und schwergewichtigen Ordners besteht – vom Material her gesehen – aus Papier und Kunststofffolien für den Arbeits-(Overhead-Projektor), wobei das Papier (sehr vorteilhaft) auf der linken und die zugehörige Folie auf der rechten Seite zu lesen ist. Vom dargebrachten Stoff her

gesehen ist der Ordner im wesentlichen dreigeteilt: Arbeitssicherheit in Laboratorien, Qualitätsmanagement in Laboratorien, Labororganisation – der letzte Teil enthält nur ein Dutzend Folien.

Die Folien des ersten Teils enthalten Text in Form von Aufzählungen sowie Zeichnungen und Fotos, die der anderen beiden Teile Zeichnungen mit Sprechblasen. Die Autoren und Illustratoren haben bei den Folien vernünftig mit Farbe gearbeitet. Die Ausführungen auf dem (dünnen) Papier unterstützen den Inhalt der Folien und geben die Quelle (z. B. DIN EN 1089-3) und das "Lernziel" (z. B. Erkennen des Inhalts anhand der Kennzeichnung der Gasflaschen) an. Auf der CD-

ROM befinden sich gut geordnete Word-Dateien, die mit dem Druck auf dem Papier identisch sind.

Unterweiser und Schulungsleiter erhalten mit diesem Werk eine große Hilfe;

Schulungs- und Unterweisungsfolien für das Labor

ihren individuellen Stil können sie beibehalten. Zwar werden die Zeichnungen naturgemäß nicht jedermanns Geschmack treffen, doch amortisiert sich die Anschaffung des Materials schnell.

H.R. Wiedmann

## **Neue Produkte**

--------

# Vakuumpumpen kontaminationsfrei

Die hier vorgestellten Vakuumpumpen zeichnen sich dadurch aus, dass sie völlig kontaminationsfreie Vakua liefern. Erreicht wird dies durch das patentierte Lagerschild, das den Vakuumbereich völlig von den Lagern trennt.



Serienmäßig mit einstellbarem Gasballast ausgerüstet, können diese Pumpen vom Typ XDS große Mengen kondensierbare Dämpfe fördern. Leiser, vibrationsarmer Lauf und kompakte Bauweise machen die Pumpen ideal für den Einsatz im Labor sowie zum Einbau in wissenschaftliche Anlagen und Geräte. Die XDS-Baureihe umfasst S-Versionen für die F & E-Anwendungen sowie chemisch weitgehend resistente C-Versionen, die jeweils mit Saugvermögen von 5 und 10 m³/h erhältlich sind

Die S-Version bietet ein Endvakuum von 0,07 mbar, für die C-Version werden 0,9 mbar spezifiziert. Die S-Version wird als Vorpumpe für Turbopumpen, in der Oberflächenanalyse, Gasrückgewinnung, bei Loadlocks, Grobvakuumkammern, Rasterelektronenmikroskopen usw. eingesetzt, während die C-Version für Verfahren wie Geltrocknung, Zentrifugen, kleine Vakuumöfen, Rotationsverdampfer und Gloveboxen entwickelt wurde.

> BOC Edwards GmbH, Ammerthalstr. 36, 85551 Kirchheim, Tel. 0 89/99 19 18-0, Fax 0 89/99 19 18-99.

## Partikelmessung mit neuem Detektorprinzip

Der Saturn DigiSizer arbeitet mit einem CCD-Chip mit 1,3 Millionen Detektorelementen. Das Laserlicht

wird über einen Lichtleiter unter verschiedenen Winkeln in den Messraum eingebracht. Zusammengesetzt überstreichen die zehn Winkelpositionen einen Winkelbereich von 45 Grad mit einer Auflösung von 0,005 Grad. Die Rohdaten werden von den über 1,3 Millionen Elementen des CCD-Arrays erfasst, sinnvoll zu Gruppen gebündelt und ergeben damit eine fast stetige Verteilung der Intensitäten über den gesamten Winkelbereich. Aus den Rohdaten wird dann mit Hilfe der Mie-Theorie über eine Entfaltungsmethode die Partikelgrößenverteilung von 0,1 μm bis 1000 μm berechnet. Dies führt zu 160 Korngrößenklassen über den gesamten Messbereich oder 40 Korngrößenklassen pro Dekade.

Das Flüssigproben-Handlingsystem ist mit Ultraschall und Rührer ausgestattet, außerdem teflonbeschichtet und so konstruiert, dass wirklich 100 % der Partikel in die Messzelle gelangen.

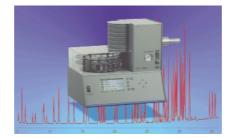
Micromeritics GmbH, Erftstr. 54, 42138 Mönchengladbach, Tel. 0 21 66/9 87 08-0, Fax 0 21 66/9 87 08-88.

## **Automatisiertes Purgeand-Trap-System**

Mit dem PTA 3000 stellt Axel Semrau einen neuen Purge- und Trap-Autosampler vor. "In-Vial-Purging" verhindert Kontaminationen durch verhergegangene Proben, die mikrogepackte Trap sorgt für hohe chromatographische Auflösung.

Der PTA 3000 ist in der Lage, bis zu 20 Flüssig- oder Feststoffproben abzuarbeiten; die Bedienung erfolgt menügesteuert über ein eingebautes Display und eine Tastatur oder über eine Windows-Software. Bestimmungsgrenzen von weniger als 5 ng/l sind realisierbar.

Bei der Verarbeitung von Flüssigproben ermöglicht das System ein gezieltes Wassermanagement – entweder durch Einsatz chemischer Wasserfallen oder durch eine peltiergekühlte Was-



serfalle. Ein eingebauter Schaumsensor verhindert auch bei stark schäumenden Proben eine Verunreinigung des Analysensystems.

> Axel Semrau GmbH & Co, Stefansbecke 42, 45549 Sprockhövel, Tel. 0 23 39/12 09-24, Fax 0 23 39/60 30.

### Rheometer für Pulver

Mit dem Pulverrheometer ManUmit lassen sich die Fließeigenschaften von Pulvern, Schlämmen und Granulaten bestimmen. Es eignet sich daher für den Einsatz in der pharmazeutischen, chemischen sowie der Kosmetik- und



Lebensmittelindustrie. Kontrollen mit ManUmit decken Qualitätschwankungen innerhalb von Chargen auf, etwa Kuchenbildung oder Verklumpung. Das Gerät benötigt für die rheometrische Analyse eine Probenmenge von nur 10 ml. Die errechneten Daten werden in Form von leicht zu interpretierenden Kurven dargestellt.

Winopal Forschungsbedarf GmbH, Mühlenstr. 16, 29353 Ahnsbeck, Tel. 0 51 45/9 87 60-0, Fax 0 51 45/9 87 60-66.

### Intelligente Bildverstärker

Moderne intensivierte CCD-Kameras (ICCD) haben weite Verbreitung sowohl in der Spektroskopie als auch im Imaging gefunden. Der wesentliche Vorteil dieser Kameras liegt in der Möglichkeit, den Bildverstärker als extrem schnellen Verschluss zu nutzen. Die Systeme von Andor Technology erreichen mühelos Verschlusszeiten unter 2 ns. IntelligateTM-Kameras von

Andor schalten anders als konventionelle ICCD-Kameras synchronisiert neben der Photokathode auch die Spannung der Mikrokanalplatten. Damit wird wirksam das "Durchtunneln" von UV-Photonen verhindert, ohne dass der Aufwand für den Anwender größer wird.

Der Triggerpuls für das MCP ist derselbe wie für die Photokathode, d. h. es wird keine zusätzliche Steuerung erforderlich. Die Ansteuerung erfolgt wie gewohnt über einfache Menüs direkt aus der 32-Bit-Software.

L.O.T.-Oriel GmbH & Co.KG, Im Tiefen See 58, 64293 Darmstadt, Tel.0 61 51/88 06-0, Fax 0 61 51/89 66 67.

## Broschüre für Qualitätsmanagement

Das Thema Qualitätsmanagement im Labor ist vielschichtig und präsentiert sich dem Außenstehenden auf den ersten Blick wenig transparent. Viele der verwendeten Begriffe werden, je nach Anwendungsgebiet, oft verschieden benutzt und erschweren so den Einstieg. Metrohm hat jetzt eine Broschüre für den Anwender im Labor erstellt. Zentrale Begriffe zu den Themen Akkreditierung, GLP und Qualitätsmanagement nach DIN ISO 900X werden dargestellt und erklärt. Der Labormitarbeiter erhält konkrete Hinweise und Hilfestellungen für die Geräte- und Methodenqualifizierung im Zusammenhang mit Metrohm-Geräten.

Neben den in Metrohm-Analysengeräten enthaltenen Validierungshilfen bietet Metrohm Prüfgeräte und Prüfsoftware an.

Die Validierungsbroschüre und Muster-SOPs können kostenlos angefordert werden.

Deutsche Metrohm GmbH & Co,
Postfach 11 60, 70772 Filderstadt,
Tel. 07 11/7 70 88-0, Fax 07 11/7 70 88-55.

## Überwachungsgerät für Laborapparate

Das Laborüberwachungsgerät Safetylab 4000 dient zur Überwachung von Labor-Apparaturen und ermöglicht auch den unbeaufsichtigten Betrieb über Nacht. Das Gerät kann z. B. Temperatur, Kühlwasser, Rührerdrehzahl und Versuchsdauer permanent



kontrollieren. Tritt eine Fehlfunktion ein, leuchtet die zugeordnete LED auf, und der eingebaute Summer ertönt. Der Auslösegrund für den Alarmfall ist also immer lokalisierbar. Durch die hohe Schaltleistung von 15 A/230 V können auch größere Thermostate bzw. Kryostate angeschlossen werden. Über die Zeitschaltuhr lassen sich Beginn und Ende eines Versuches eingeben, ebenso die Zeit für das Nachlaufen des Kühlwasser-Kreislaufes.

Juchheim GmbH & Co.KG,
Postfach 10 07 08, 42607 Solingen,
Tel. 02 12/81 40 45, Fax 02 12/81 55 00.

## **Parallele Drucksynthesen**

Der Endeavor<sup>TM</sup> ist ein paralleles Synthesesystem für Druckreaktionen. Es wurde speziell für die Entwicklung und Optimierung von Katalysatoren, Polymeren und anderen Materialien konstruiert. Der Endeavor verfügt über acht Edelstahl-Druckreaktoren mit separater Temperaturregelung (maximal 200 °C) und Drucksteuerung (maximal 35 bar). In jedem Reaktor befindet sich ein Glasgefäß mit einem Arbeitsvolu-



men von 5 ml. Das Rühren erfolgt von oben über eine Magnetkopplung mittels Rührstab. Der Endeavor hat drei Gaseinlässe für Inertgas, Reaktionsgas und Quenchgas. Mit einer speziellen Spritze können Reagenzien auch unter Druck während der Synthese zugegeben werden.

Die Bedienung erfolgt über eine einfache Tastatur mit Datendisplay. Durch eine Schnittstelle können alle experimentellen Daten, wie Gasaufnahme, Temperatur und Druck auf einem PC aufgezeichnet und zur Dokumentation exportiert werden.

Zinsser Analytic GmbH, Eschborner Landstr. 135, 60489 Frankfurt, Tel. 0 69/78 91 06-0. Fax 0 69/78 91 06-80.

# Tragbares Multiparameter-Messsystem

X-matePro ist ein mobiles Messsystem für die Parameter pH-Wert, Redox-Potential, Temperatur, gelöster Sauerstoff, Leitfähigkeit, Salinität, TDS, Ionenkonzentration und relative



Luftfeuchte. Durch Kombination des Messmoduls mit verschiedenen Sensoren werden alle Applikationen flexibel abgedeckt. Multisensoren erlauben die Erfassung von bis zu vier Parametern gleichzeitig (z. B. pH, Temperatur, Sauerstoff und Leitfähigkeit). Je nach geforderter Messaufgabe kann sich der Anwender sein persönliches Messsystem individuell zusammenstellen.

Kalibrierung und Messung erfolgen über eine Benutzerführung. Das wasserdichte System (IP67) besitzt einen Datalogger (200 Messwerte pro Parameter) sowie eine serielle Schnittstelle zum Datentransfer.

Mettler-Toledo GmbH,
Ockerweg 3, 35396 Gießen,
Tel. 06 41/5 07-0. Fax 06 41/5 29 51.

## **TERMINE**

---------

#### InCom 2001:

Tagung und Ausstellung Instrumentalized Analytical **Chemistry and Computer** Technology. 27. bis 29. März. Düsseldorf. InCom-Büro, Tel. 02 11/ 45 08 54.

## TechnoPharm 2001 und Powtech 2001:

Internationale Fachmesse für Entwicklung, Herstellung und Analytik pharmazeutischer, kosmetischer, diätetischer Produkte. Im Verbund mit der Powtech. Fachmesse für mechanische Verfahren und Partikelanalytik. 27. bis 29. März, Nürnberg, Messezentrum. Tel. 09 11/86 06-0.

## **Umstellung auf ISO 17025:** Seminar. 2. bis 3. April, Saar-

www.nuernbergmesse.de

brücken. Klinkner & Partner, Tel. 06 81/97 62 23-0.

## **Prüfpflichtige Sicherheits**einrichtungen im Labor:

Laborabzüge und Sicherheitsschränke.

3. April, Bonn. Haus der Technik, Tel. 02 01/18 03-1.

### Prüfmittelüberwachung:

Seminar. 4. bis 5. April, Saarbrücken. Klinkner & Partner, Tel. 06 81/97 62 23-0.

#### **Forum Life Science:**

Kongress. 4. bis 5. April, Garching. Bayern Innovativ, Tel. 09 11/2 06 71-0.

## Kalibrierung in der chemischen Analytik:

Statistische Methoden. Seminar. 23. bis 24. April, Essen. Haus der Technik, Tel. 02 01/18 03-1.

## **Photoionisationslampen** für kurzwelliges UV

Photoionisationslampen sind Niederdruck-Gasentladungslampen einer Füllung aus Xenon, Krypton oder Argon. In Verbindung mit Magnesiumoder Lithiumfluoridfenstern emittieren sie intensive Spektrallinien im Bereich zwischen 105 und 130 nm. Der Haupteinsatzbereich sind dementsprechend Photoionisationsdetektoren.

Die Gasentladung selbst findet in einer Präzisionskapillare statt. Lieferbar sind Lampen mit den Ionisierungsenergien 8,4, 9,6, 10,0, 10,6 und 11,8 eV. Es gibt eine kleine Variante mit einem Durchmesser von ca. 18 mm, die große misst ca. 28,5 mm.

Als Ergänzung sind HF-PID-Lampen lieferbar, die durch Hochfrequenz angeregt werden. Diese Art von Lampen besteht aus einem Glaskolben mit einem Durchmesser von rund 13 mm und einer Länge von ca. 55 mm. Die Anregung erfolgt durch elektromagnetische Felder mit einer Leistung von ca. 100 mW im Frequenzbereich von 200 kHz bis 14 MHz.

> L.O.T.-Oriel GmbH & Co.KG Im Tiefen See 58, 64293 Darmstadt, Tel. 0 61 51/88 06-0, Fax 0 61 51/89 66 67.

## Präzisionsdickenmessung mit A-Bildanzeige

Das 25DL Plus ist für anspruchsvolle Prüfaufgaben wie die Untersuchung von Multilayern gedacht. Es erlaubt Dickenmessaufgaben im Bereich von 0,08 bis 500 mm bei einer Auflösung von 0,001 mm. Die von 4 bis 16 Hz einstellbare Anzeigegeschwindigkeit ermöglicht, schnell und sicher zu messen. Das Gerät eigent sich zur Überprüfung von Turbinenschaufeln, Einspritzdüsen oder Karosserieblechen sowie mehrlagigen Kunststoffteilen. Als Prüfköpfe lassen sich Kontakt-, Vorlaufstrecken- und Tauchtechnik-Prüfköpfe einsetzen.

Der Prüfer kann zusätzlich zu den 25 gespeicherten Justierungen 35 kundenspezifische eingeben und verfügt damit über ein großes Spektrum nutzbarer Einsatzmöglichkeiten.

> Panametrics GmbH, Mess- und Prüftechnik, Robert-Bosch-Str. 20a, 65719 Hofheim, Tel. 0 61 22/8 09-0, Fax 0 61 22/81 47.

## Mikrowellentechnik für **Analytik, und Life Sciences**

Die Präsentation der Möglichkeiten und Perspektiven der modernen Mikrowellentechniken sind die Schwerpunkte der Firma CEM auf der InCom 2001. Am Messestand präsentiert CEM die unterschiedlichen Mikrowellengerätschaften zur chemischen Synthese, Lösungsmittelextraktion, Aufschlusstechnik, Schnellveraschung und Trock-

Als Neuheit wird das Kombinationssystem zur Proteinhydrolyse, mikrowellenbeschleunigten Lösungsmittelextraktion. Aufschlusstechnik und zur mikrowellenbeschleunigten chemischen Synthese vorgestellt.

Mikrowellenbeschleunigte Verfahren haben in weiten Bereichen des Laboralltages bereits Einzug gehalten und traditionelle Methoden abgelöst. Nun stehen auch für biochemische Untersuchungen und chemischen Synthesen verschiedene Mikrowellengerätschaften zur Verfügung. So lässt sich z. B. das MARS-System in folgenden Bereichen einsetzen: DNA-Untersuchungen, Aufschluss von Zellmaterial, pharmazeutisch-chemische Synthese, Pharmaforschung, Kombinatorischen Chemie, Hydrothermalsynthese, Zeolithsynthese usw.

CEM Mikrowellen-Analysentechnik GmbH, Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9, 47475 Kamp-Lintfort. Tel. 0 28 42/96 44-0. Fax 0 28 42/96 44-11.

## Gasüberwachung bei Extrembedingungen

Mit dem neuen Gas-Monitor STX70 bietet die Leopold Siegrist GmbH ein Gas-Messgerät an, das die Langzeitmessung acht toxischer Gase ermöglicht. Aufgrund seiner robusten Beschaffenheit kann es schwierigen Umweltbedingungen ausgesetzt werden. So ist der STX70 spritzwasserfest (IP65) und durch den Einsatz von GoreTex-Membranen zum Schutz des Sensors auch für die Verwendung z. B. in Abwasserkanälen geeignet. Bei besonders aggressiven Applikationen ist das Gerät zusätzlich im Sewer Guard untergebracht, einem wasserdichten Gehäuse.

Neben der dauerhaften Installierung als Datenlogger für Schwefelwasserstoffkonzentrationen kann der nur brusttaschengroße STX 70 auch als Personenschutzwarngerät eingesetzt werden. Mit dem eingebauten Datenspeicher können bei einem einminütigem Speicherintervall 60 Stunden bzw. 3600 Messdaten aufgezeichnet werden (bzw. bei einem Speicherintervall von fünf Minuten, 300 Stunden). Zwei Lithium-Batterien ermöglichen eine Laufzeit von ca. 2000 Stunden oder 83 Tagen.

Leopold Siegrist GmbH,
An der Tagweide 6, 76139 Karlsruhe,
Tel. 07 21/6 25 26-50. Fax 07 21/6 25 26-76

# Schnelles Photometer für Mikroplatten

Das Flashscan S12 ist ein Spektralphotometer mit Multichannel-Technik und der Möglichkeit, im Mikroplattenformat komplette Spektren innerhalb von wenigen Sekunden aufzunehmen. Die Faseroptik besteht aus zwölf parallelen Proben- und Referenz-Strahlen sowie Detektoren und einem internen Referenzkanal.

Die im Flashscan verwendete Xenon-Blitzlampe gibt Impulse im  $\mu$ Sekunden-Bereich und ermöglicht präzises Messen von 96 Einzelspektren in zehn Sekunden.

Die Software des Photometers unterstützt Mikroplatten-Formate mit 6, 12, 24, 48, 96 und 384 Wells. Für die Anwendung im High-Throughput-Screening-Bereich ist der Flashscan S12 als Workstation vollständig in Robotic-Systeme integrierbar. Die Software synchronisiert Probenvorbereitung-, transport- und Screeningschritt und ermöglicht dem Anwender die Weitergabe von Messdaten und Templateinformationen an ein LIM-System.

Das hier vorgestellte Spektralphotometer kann sowohl als Stand-alone-Gerät als auch als Teil eines HTS-Systems eingesetzt werden. Es eignet sich u. a. zur Aufnahme vollständiger Spektren, kolorimetrischer Endpunktbestimmungen, Immunoassays, ELISAs, chemischer und enzymatischer Kinetik in Echtzeit, kinetischer Trübungsmessung und Agglutionationsassays.

Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena, Tel. 0 36 41/2 01-0, Fax 0 36 41/2 01-160.

# Sammeln und Identifizieren mit der GC

Mit dem präparativen Fraktionensammler PFC lassen sich gaschromatographisch getrennte Stoffe automatisch sammeln und anreichern. Hierbei ist es gleichgültig, ob es sich um einzelne, dicht aufeinander folgende Peaks handelt, die sich im Anschluss daran als Reinsubstanz analysieren lassen, um Abschnitte eines Chromatogramms oder ganze Komponentenklassen. Zu diesem Zweck verfügt der Fraktionensammler PFC über sechs Probenfallen und eine Nullfalle, in welcher die übrige Probenmenge gesammelt wird und weiteren Untersuchungen zugeführt werden kann.

Um den Probenrückhalt zu optimieren, lassen sich die Fallen heizen oder kühlen; die Kühlung erfolgt wahlweise mit Flüssigstickstoff oder einem Kryostaten.

Das System kommt ohne Ventile im Probenweg aus, was eine hohe Reinheit der gesammelten Fraktionen garantiert. Gerstel GmbH & Co.KG,

Aktienstr. 232-234, 45473 Mühlheim an der Ruhr, Tel. 02 08/7 65 03-0, Fax 02 08/7 65 03 33.

# Pharma-Analytik: Verunreinigungsstandards

Die erste Ausgabe des neuen Katalogs Reference Substances for the Analysis of Pharmaceutical Impurities liegt nun vor. Auf Wunsch von Kunden, die ihre Analysen nach den Vorschriften der Arzneibücher durchführen, hat Promochem den Katalog mit unmittelbar bzw. kurzfristig verfügbaren Verunreinigungsstandards pharmazeutischer Substanzen erstellt.

Verunreinigungen einer pharmazeutischen Substanz können auf unterschiedliche Weise entstehen. Zum einen kann der Abbauprozess einer Substanz solche Nebenprodukte entstehen lassen, zum anderen aber bergen die verschiedenen Herstellmethoden die Gefahr, unterschiedliche Verunreinigungprofile, Gehalte oder Stabilitäten hervorzurufen. Da diese Abweichungen die Wirkung und Nebenwirkung eines Medikamentes beeinflussen können, ist eine genaue Analyse solcher Verunreinigungen von großer Bedeutung.

In den Arzneibüchern wird verstärkt darauf hingewiesen – die Pharma-

kopöen liefern bislang nur begrenzt Referenzsubstanzen, die der wachsenden Nachfrage von Interessenten nicht nachkommen. Diese Lücke will das neue Produktspektrum von Promochem jetzt beseitigen.

-----

Promochem GmbH,
Postfach 10 09 55, 46469 Wesel,
Tel 02 81/98 87-0 Fax 02 81/98 87-1 99

## Filter für HPLC-Probenvorbereitung

Spartan ist ein gebrauchsfertiger Filterhalter für wässrige und organische HPLC-Proben und dient als Schutz für Säulen und Ventile. Spartan wurde speziell für die HPLC-Probenvorbereitung entwickelt. Er besteht aus einer regenerierten Cellulosemembran – 0,2  $\mu$ m oder 0,45  $\mu$ m – mit geringer Proteinbindung und einem Polypropylengehäuse.

Die Filter gibt es in den Durchmessern 13 und 30 mm. Spartan ermöglicht zertifiziert geringe extrahierbare Bestandteile, saubere Filtrate und zeichnet sich durch Lösungsmittelbeständigkeit aus.

Schleicher & Schuell GmbH,
Postfach 4, 37582 Dassel,
Tel. 0 55 61/7 91-0, Fax 0 55 61/7 91-5 33.

## Abzüge ohne Schmutzablagerungen

Der Laborhersteller Köttermann hat eine neue Abzugsgeneration entwickelt, die auf die rückwärtige Luftleitwand verzichtet und damit für Sauberkeit und Hygiene sorgt. Die Verweilzeit von Schadgasen und -stoffen ist bei diesen neuen Abzügen deutlich verringert, wodurch Energie eingespart wird. Dabei gewährleistet die prozessorgesteuerte Luftstromüberwachung eine exakte Kontrolle der Einströmgeschwindigkeit und des Volumenstroms.



Im Innenraum mit seiner Tiefe von 800 mm gibt es konstruktionsbedingt mehr Platz für Versuchsaufbauten. Unkompliziert sind künftig sowohl Wartung als auch Reinigung durchzuführen:

Alle relevanten Teile befinden sich leicht zugänglich in der Front, und die Abzüge müssen bei Wartungstätigkeiten nicht mehr von der Wand abgerückt werden.

Köttermann GmbH & Co.KG, Industriestr. 2-10, 31311 Uetze/Hänigsen, Tel. 0 51 47/9 76-0, Fax 0 51 47/9 76-8 44

# Gasartenprüfung mit Sauerstoffsensor

Der Sauerstoffsensor SS-2000 wurde für die Bestimmung des Sauer-



stoffgehaltes verschiedener Gase in technischen und medizinischen Gasversorgungssystemen, aber auch in der Atmosphäre, entwickelt. Wegen der speziellen Sensorzelle benötigt das Handgerät keine dezentrale Anzeigeeinheit, sondern vereinigt im Sensorkopf alle aktiven sowie passiven Elemente. Der Stromverbrauch ist so gering, dass von einer Lebensdauer der

integrierten Batterien von ca. 1,5 Jahren ausgegangen werden kann. Die Kalibrierung des hier vorgestellten Gerätes erfolgt mit Hilfe des konstanten Sauerstoffpartialdrucks der freien Atmosphäre. Die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes ist in entspannten und komprimierten Gasen auf 1,5 % absolut im Konzentrationsbereich 1–100 % durchführbar.

Dieses Handgerät ist für die Bestimmung des Sauerstoffgehalts entsprechend der EU-Medizinprodukte-Richtlinie nach DIN EN 737 geeignet.

Pneumatik Berlin GmbH, Falkenberger Str. 38-40, 13088 Berlin, Tel. 0 30/92 70 10-0, Fax 0 30/9 26 81 32

## **STELLENMARKT**



Unser Unternehmen hat sich in den letzten Jahren außerordentlich erfolgreich entwickelt und wir wachsen weiter. Die Marke "Hasseröder Premium Pils" gehört zu den größten Biermarken Deutschlands.

Zur Verstärkung unseres Teams im Labor suchen wir Sie als

## Laborant/in im Schichtsystem.

(befristet für 24 Monate)

Nach der Ausbildung als biologisch-technische/r oder chemisch-technische/r Assistent/in haben Sie bereits berufliche Erfahrungen auf diesem Gebiet gesammelt - dies ist aber keine Bedingung.

Sie erwartet eine vielseitige und verantwortungsvolle Tätigkeit in einem attraktiven Unternehmen und Umfeld. So werden beispielsweise zu Ihren Aufgaben die mikrobiologische als auch chemisch-technische Analytik, Probenahmen im Betrieb und die damit verbundenen Auswertungen über EDV gehören.

Zur Vorbereitung auf ein persönliches Gespräch bitten wir um Übersendung Ihrer kompletten Bewerbungsunterlagen an die

Hasseröder Brauerei GmbH - Personalabteilung - Postfach 10 11 17, 38841 Wernigerode (birgit.koenig@hasseroeder.de)

## BEZUGSQUELLENVERZEICHNIS

#### Analysen

#### **ANALYTISCHE LABORATORIEN**

Prof. Dr. H. Malissa u. G. Reuter GmbH Postfach 1106, D-51779 LINDLAR Tel. 02266/4745-0. Fax 02266/4745-19

#### Chemolab AG, Laboratorium für chem.-analyt. Untersuchungen

Hauserstraße 53 CH-5210 Windisch Tel. (056441) 7788 Fax (056442) 4121

#### Aräometer

#### Amarell GmbH & Co KG



97889 Kreuzwertheim Postfach 1280 Tel. (09342) 9283-0 Fax (09342) 39860

#### Leo Kübler GmbH

Stephaniestr. 42/44, 76133 Karlsruhe Tel. (0721) 22491, Fax (0721) 27903

#### **Arbeitsschutzartikel**



Carl Roth GmbH + Co. Postfach 21 11 62 76161 Karlsruhe Tel. (0721) 56060

## Bimssteingranulate und -mehle



Joseph Raab GmbH & Cie. KG Postfach 22 61 56512 Neuwied **(0 26 31) 913-178** Fax (0 26 31) 913-170

### **BSB-Bestimmung**

WTW, Weilheim Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

### Chemikalien



Carl Roth GmbH + Co. Postfach 21 11 62 76161 Karlsruhe Tel. (0721) 56060

## Chemiesoftware für **Personal Computer**

Umschau Software UMSCHAU ZEITSCHRIFTEN-**VERLAG** 

**Breidenstein GmbH** Stuttgarter Straße 18-24 60329 Frankfurt/M. Tel. (069) 2600-680

#### Deuteriumlampen



## Dewar-Gefäße aus Glas und Metall



Karlsruher Glastechnisches Werk Gablonzerstraße 6, 76185 Karlsruhe Tel. (0721) 95897-0, Fax 95897-77

## Dichtungsscheiben aus Gummi mit aufvulkanisierter PTFE-Folie

#### **GUMMI-WÖHLEKE GmbH**

Siemensstr. 25, 31135 Hildesheim Teletex: 5121845 GUMWOE Tel. (05121) 78 25-0

## Dilutoren/Dispensoren

## Zinsser Analytik GmbH

60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

## Dosierpumpen

LEWA Herbert Ott GmbH + Co. Postfach 1563, D-71226 Leonberg Tel. (07152) 14-0 Fax (07152) 14-1303 E-mail: lewa@lewa.de, http://www.lewa.de

## Extruder für Labor und Produktion

## LIHOTZKY

Emil Lihotzky Maschinenfabrik GmbH & Co KG (Pressen - Walzen - Trockner) POB 1165 D-94441 Plattling, Tel. (09931) 2951, Fax 1271 http://www.lihotzky.de

## Flüssigkeitschromatographie/HPLC

## Dr. Knauer GmbH,

 $HPLC \cdot SMB \cdot Combi\acute{C}hrom \cdot Osmometer$ Tel. (030) 8 09 72 70 Fax (030) 8 01 50 10 Internet: www.knauer.net e-Mail: info@knauer.net

## FTIR-Spektrometer-Zubehör



な 06151/8806-6 Fax 06151/896667 www.LOT-Oriel.com

#### Gefahrgutberatung

## Dr. Reinschmidt-Gefahrgutberatung

Sachkundelehrgänge nach § 5 ChemVerbotsV Tel.: 07244/706439, Fax: 706440 http://www.online.de/home/reinschmid

#### Gefriertrockner

## Zirbus technology

37539 Bad Grund Telefon (05327) 8380-0, Fax -80 Internet: http://www.zirbus.de

#### Gefriertrocknungsanlagen



Martin Christ GmbH Postfach 1713 37507 Osterode/Harz

Tel. (05522) 5007-0 Telefax (05522) 500712

## **STERIS**<sup>®</sup>

## STERIS GmbH

Kalscheurener Str. 92 D-50354 Hürth/Germany Tel. (02233) 6999-0 Fax (02233) 6999-10

#### Hochdruckautoklaven

### Zirbus technology

37539 Bad Grund Telefon (0.53.27) 83.80-0, Fax -80 Internet: http://www.zirbus.de

## Hochdruck-Extraktionsanlagen

## Müller Extract Company GmbH Postfach 25 44, 96414 Coburg

Tel. (09561) 62905 Fax (09561) 53393

## Hohlkathodenlampen



☎ 06151/8806-0 Fax 06151/896667

#### **HPLC-Lösungsmittel**

### Zinsser Analytik GmbH

60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

#### Klimakammern

## -thermotest-

Telefon 0221/508667 Fax 0221/505834

## Kühlgeräte

MTW, 97078 Würzburg, (0931) 29903-47

#### Kühl- + Tiefkühlgeräte



Gartenstraße 100 D-78532 Tuttlingen Telefon (0 74 61) 705-0, Fax 705-125 www.hettich-zentrifugen.de info@hettich-zentrifugen.de

#### Küvetten

#### HELLMA GMBH & CO. KG

Postfach 1163 79371 Müllheim Tel. (07631) 182-0 Fax (07631) 13546 www.hellma-worldwide.com aus Glas, Spezialgläser, Quarzgläser

STARNA GmbH. Postfach 1206 64311 Pfungstadt, Tel. 06157/2813 Fax 85564, Internet: www.starna.de

## Laboratoriumsmühlen

#### Pallmann Maschinenfabrik

Postfach 1652, 66466 Zweibrücken Tel. (06332) 802-0 Fax (0.6332) 802-106

#### Laborchemikalien



Carl Roth GmbH + Co. Postfach 21 11 62 76161 Karlsruhe Tel. (0721) 56060

## Laboreinrichtungen

#### Köttermann GmbH & Co KG

Industriestraße 2-10 31311 Uetze/Hänigsen Tel. 05147/976-0, Fax 976-844 http://www.koetermann.com

#### PRUTSCHER

Laboratoriumseinrichtungen GmbH Badstraße 2, 81379 München Tel. (089) 74 21 35–0, Fax 74 21 35–10 http://www.prutscher.at

## WALDNER Laboreinrichtungen

GmbH & Co. Postfach 1362, 88229 Wangen, Tel. (07522) 986-0, Fax 986-418

#### Wesemann GmbH & Co.

Postfach 1461, D-28848 Syke Tel.: (04242) 549-0, Fax: 594-39 http://www.wesemann.com

#### wrt Laborbau GmbH & Co KG Postfach 15 55

48696 Stadtlohn Tel. 02563/919-0, Fax 919-100

## Laborhilfsmittel



Carl Roth GmbH + Co. Postfach 21 11 62 76161 Karlsruhe Tel. (0721) 56060

#### Laboröfen

Nabertherm, Bahnhofstraße 20 28865 Lilienthal/Bremen Tel. (04298) 922-0, Fax (04298) 922-129

## LABOR-Schläuche und -Stopfen aus Gummi

**GUMMI-WÖHLEKE GmbH** 

Postfach 100541, 31105 Hildesheim Teletex: 5121845 GUMWOE Tel. (05121) 56046

## Laborzentrifugen, Kühlzentrifugen



Gartenstraße 100 D-78532 Tuttlingen Telefon (0 74 61) 705-0, Fax 705-125 www.hettich-zentrifugen.de info@hettich-zentrifugen.de



Sigma Laborzentrifugen GmbH Postfach 1713 37507 Osterode/Harz

Tel. (05522) 5007-0 Fax (05522) 500712

## Leitfähigkeits-Meßgeräte



Deutschland GmbH **HANNA Instruments Deutschland GmbH** 

Lazarus-Mannheimer-Straße 2-6 77694 Kehl am Bhein Tel.: 07851/9129-0. Fax 9129-99

Knick, 14163 Berlin Tel. (030) 8001-0, FS 184529

#### Leitfähigkeitsmessung

WTW, Weilheim

Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

## Mahlanlagen

Pallmann Maschinenfabrik Postfach 1652, 66466 Zweibrücken

Tel. (06332) 802-0 Fax (06332) 802-106

#### Mikrophotographie

**OLYMPUS OPTICAL CO.** (EUROPA) GMBH, Postf. 104908 D-20034 Hamburg

### Mikroskope



Labor- und Routine-Mikroskope Stereolupen und Stereomikroskope

Helmut Hund GmbH Postfach 21 01 63 · 35550 Wetzlar Telefon: (0 64 41) 20 04-0 Telefax: (0 64 41) 20 04-44

**OLYMPUS OPTICAL CO.** (EUROPA) GMBH, Postf. 104908 D-20034 Hamburg

#### **Osmometer**

#### **GONOTEC GMBH**

Eisenacher Str. 56, 10823 Berlin Tel. (030) 7846027, Fax (030) 7881201 contact@gonotec.com / www.gonotec.com

## **Partikelanalyse**

#### LECO INSTRUMENTE GMBH

Marie-Bernays-Ring 31. 41199 Mönchengladbach Tel. +49-(0)2166-687-0, Fax +49-(0)2166-687-100 E-Mail: analytik.sales@leco.de Internet: www.leco.com



6 06151/8806-0 Fax 06151/896667

## pH/Redox-ISE-Messung

WTW, Weilheim Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

## pH-Messgeräte



Deutschland GmbH **HANNA Instruments** 

**Deutschland GmbH** 

Lazarus-Mannheimer-Straße 2-6 77694 Kehl am Bhein Tel.: 07851/9129-0, Fax 9129-99

### **Photometer**

## MERCK

Merck KGaA, 64271 Darmstadt Tel. (06151) 72-30 00, Fax 723333

## Photometr. Wasseranalyse Geräte und Testsätze

WTW. Weilheim Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

## **Polarimeter**

### Leo Kübler GmbH

Stephanienstr. 42/44, 76133 Karlsruhe Tel. (0721) 22491, Fax (0721) 27903



SCHMIDT + HAENSCH GmbH&Co Waldstraße 80/81: 13403 Berlin Tel.: 030/41 70 72-0; Fax: -99

## soliton

Telefon 08105/7792-0 Fax 7792-77 Info@soliton-ambh.de

## Probenfläschchen aus Glas und Kunststoff

#### Zinsser Analytik GmbH

60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

### Reagenzien

#### MERCK

Merck KGaA, 64271 Darmstadt Tel. (06151) 72-30 00, Fax 723333

#### Reflektometrie

#### MERCK

Merck KGaA, 64271 Darmstadt Tel. (06151) 72-30 00, Fax 723333

#### Refraktometer

#### Leo Kübler GmbH

Stephanienstr. 42/44, 76133 Karlsruhe Tel. (0721) 22491, Fax (0721) 27903



SCHMIDT + HAENSCH GmbH&Co Waldstraße 80/81: 13403 Berlin Tel.: 030/417072-0: Fax: -99

## Reinigungsmittel für Laborglas



Carl Roth GmbH + Co. Postfach 21 11 62 76161 Karlsruhe Tel. (0721) 56060

### Sauerstoff-Meßgeräte



Deutschland GmbH **HANNA Instruments Deutschland GmbH** Lazarus-Mannheimer-Straße 2-6

77694 Kehl am Rhein Tel.: 07851/9129-0, Fax 9129-99

WTW, Weilheim Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

## Spektralphotometer, **UV-VIS**

## soliton

Telefon 08105/7792-0 Fax 7792-77 Info@soliton-gmbh,de

## Sterilisatoren

## Zirbus technology

37539 Bad Grund Telefon (05327) 8380-0, Fax -80 Internet: http://www.zirbus.de

#### Szintillatoren

## Zinsser Analytik GmbH

60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

## Temperatur-Meßgeräte

### Amarell GmbH & Co KG



97889 Kreuzwertheim Postfach 1280 Tel. (09342) 9283-0 Fax (09342) 39860

Knick, 14163 Berlin Tel. (030) 8001-0. FS 184529

Deutschland GmbH **HANNA Instruments** 

## Deutschland GmbH

Lazarus-Mannheimer-Straße 2-6 77694 Kehl am Rhein Tel.: 07851/9129-0, Fax 9129-99

WTW. Weilheim

Tel. (0881) 183-0, Fax 62539

#### **Thermometer**

#### Amarell GmbH & Co KG



97889 Kreuzwertheim Postfach 1280 Tel. (09342) 92 83-0 Fax (09342) 39860

### Tiefsttemperaturmessung

#### Cryophysics GmbH

Dolivostraße 9, 64293 Darmstadt Tel. (06151) 8157-0, Fax 8157-99 E-Mail: cryophysics\_de@compuserve.com

## Trifluoressigsäure und Derivate

Solvay Fluor und Derivate GmbH Postfach 220 30002 Hannover Tel. (0511) 857-0 Fax (0511) 282126

## Trockner für Labor und Betrieb

## LIHOTZKY

Emil Lihotzky Maschinenfabrik GmbH & Co KG (Pressen – Walzen – Trockner) POB 1165 D-94441 Plattling, Tel. (09931) 2951, Fax 1271 http://www.lihotzky.de

### Umweltanalytik/Wasser

### MERCK

Merck KGaA, 64271 Darmstadt Tel. (06151) 72-30 00, Fax 723333

#### Vakuumkonzentratoren



Gartenstraße 100 D-78532 Tuttlingen Telefon (0 74 61) 705-0, Fax 705-125 www.hettich-zentrifugen.de info@hettich-zentrifugen.de

#### Zirbus technology

37539 Bad Grund Telefon (05327) 8380-0, Fax -80 Internet: http://www.zirbus.de

## Wasserdestillierapparate

## Ges. f. Labortechnik mbH Postfach 1152 30927 Burgwedel

Tel. (05139) 9958-0 Fax (05139) 9958-21 Info@GFL.de www.GFL.de

## Zentrifugen

Kendro Laboratory Products GmbH Heraeusstr. 12-14 63450 Hanau Tel.: (0 61 81) 35 57 62

## **ZUM TITELBILD**

# Grundlagen und Anwendungen der FT-Raman-Spektroskopie

Die Nahinfrarot (NIR) Fourier-Transform-Raman-Spektroskopie (kurz FT-Raman-Spektroskopie) ist das schwingungsspektroskopische Gegenstück zur FT-IR-Spektroskopie. Genau wie die IR-Spektroskopie ist die komplementäre Methode der Raman-Spektroskopie ein wichtige Arbeitsmethode für sowohl qualitative als auch quantitative Fragestellungen in Analytik und Forschung.

Während die IR-Spektroskopie auf der Absorption von breitbandiger Infrarotstrahlung beruht, liegt der Raman-Spektroskopie ein Streuprozess zu Grunde. Raman-Spektren werden durch die Bestrahlung einer Probe mit Licht einer definierten Wellenlänge zeugt. In der FT-Raman-Spektroskopie werden dazu kompakte Nd:YAG-Laser (1064 nm) eingesetzt. Hierbei führt die Wechselwirkung des Laserlichtes mit der Probe zu der als Raman-Effekt bekannten inelastischen Streuung der Photonen am Molekiil.

Die enstehende Streustrahlung wird relativ zur anregenden Laserstrahlung als das Raman-Spektrum aufgenommen. Die beob-Raman-Linien achteten können mit den Molekülschwingungen der untersuchten Probe eindeutig verknüpft werden und geben je nach Frequenzlage, Intensität und Linienform Auskunft über Struktur und Identität der untersuchten Substanz.

FT-Raman-Spektren sind direkt vergleichbar mit dem entsprechenden FT-Infrarot-Spektrum. IR- und Raman-Spektren können softwareseitig leicht zum Vergleich gegenübergestellt werden. Die spektralen Informationen lassen sich ergänzend nutzen.

Anwendungen: Ob für die schnelle Identifizierung von Substanzen in der Qualitätskontrolle, Strukturuntersuchungen wie etwa der Analyse von amorphen und kristallinen Formen oder zur online-Beobachtung von chemischen und biotechnologischen Prozessen: FT-Raman-Spektren zeigen den molekularen Fingerabdruck für die kontakt- und zerstörungsfreie Charakterisierung der jeweiligen Stoffe.

Die FT-Raman-Spektroskopie ist nicht nur eine Alternative zur FT-IR-Spektroskopie, sondern für bestimmte Anwendungen die erste Wahl. Dies gilt etwa für Untersuchungen direkt in Glasgefäßen oder im wässrigen Milieu.

Die Probenvorbereitung besteht praktisch in der Positionierung der Probe im Messstrahl. Geräteseitig wird dies durch computerkontrollierte Probeneinrichtungen und Lichtleitfaser-Sonden unterstützt. Die Verwendung von Lichtleitfasern prädestiniert die FT-Raman-Methode für die Verfolgung von chemischen Reaktionen.

Dr. Jürgen Sawatzki, Bruker Optik GmbH, Ettlingen



Das Titelbild zeigt die Eingangsoptik des RFS 100/S mit einer Probe (Quarzküvette)

## FT-Raman-Spektrometer RFS 100/S.

Im Gegensatz zu den bei dispersiven Raman-Spektrometern traditionell verwendeten Laserlichtquellen, die im Sichtbaren oder UV arbeiten, wird bei FT-Raman-Spektrometern durch die langwellige Anregung der Proben im NIR bei 1064 nm die sonst oft störend auftretende Fluoreszenz wirksam unterdrückt. Nachteile in der Signalintensität in Folge langwelliger Anregung werden durch den um etwa zwei Größenordnungen höheren Strahlungsfluss der in der optischen FT-Spektroskopie eingesetzten Interferometer kompensiert. Zu den herausragenden Merkmalen des RFS 100/S gehört daher die hohe optische Leistungsfähigkeit. Zentraler Bestandteil ist das patentierte "ROCKSOLID"-Interferometer. Hoher Lichtdurchsatz und außergewöhnliche Langzeitstabilität sind dabei konzeptbedingt vereint.

Das FT-Raman-Spektrometer RFS 100/S bietet weiterhin:

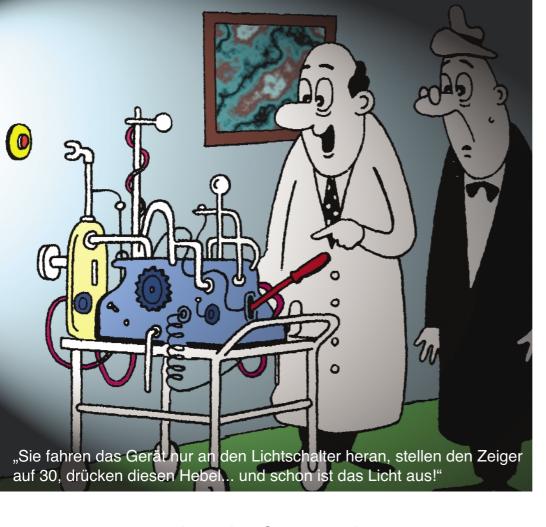
- · Hohe Zuverlässigkeit und Messempfindlichkeit
- Eine umfangreiche Auswahl von Messzubehör wie Lichtleitfaser-Sonden, Probenwechselautomaten, Raman-Mikroskop uvm
- Die WindowsNT™-basierende Geräte-Software OPUS™ ist anwenderfreundlich, intuitiv in der Handhabung und durch diverse Programmerweiterungen wie OPUS/IDENT, OPUS/QUANT und OPUS/SEARCH etc. vielseitig einsetzbar.
- Kompetente Anwendungsberatung, intensive Schulungen und schneller Service sind für uns integraler Bestandteil unserer Kundenbetreuung.

Durch Raman-spektroskopische Messungen im chemischen Reaktor lassen sich in vielen Fällen sehr elegant, da berührungslos, Untersuchungen mit dem Ziel der Reaktionsoptimierung und -kontrolle durchführen. Basierend auf der bewährten Laborsonde "Ram-Probe" stehen mit einer spritz-geschützten Version, der "InteGram" und der "InteGram HEP" (ex-geschützt) drei neue Industrie-gehärtete Versionen zur Verfügung. Der Einsatz von fasergekoppelten Raman-Sonden vereint die Vorteile der MIR- und NIR-Spektroskopie:

- Hoher Informationsgehalt wie bei Mittel-Infrarot-Spektren
- · Einsatz von Lichtleitfasern (Quarz) wie im nahen Infrarot

Besonders bei "schwierigen" Reaktionsgemischen wie wässrigen Emulsionen (z.B. für Emulsionspolymerisationen) und Dispersionen (z. B. im Bio-Reaktor) erweist sich die Verwendung von Raman-Sonden als vorteilhaft. Die neuen Raman-Sonden sind für unterschiedliche Anforderung (Druck, Temperatur und aggressiven Medien) als Immersionssonde mit und ohne Flansch konfigurierbar.

Bruker Optik GmbH Rudolf-Plank-Str. 23 D-76275 Ettlingen Telefon: 07243 504 608 Telefax: 07243 504 698 E-Mail: optik@bruker.de http://www.bruker.de



So geht es auch, aber wenn Sie praxisgerecht und effizient arbeiten wollen, dann lesen Sie die

CLB

Einmalige Sonderaktion nach Verlagswechsel: Wer sich bis zum 30. Mai 2001 einschließlich zu einem Abonnement entscheidet, erhält für ein Jahr 15 % Preisnachlass auf den Standardpreis von DM 138,– und zahlt nur DM 117,30 (incl. 7 % MWSt., zzgl. Versandkosten)!

FAX-Hotline: 06223-9707-41



## ABO-BESTELLCOUPON

☐ JA, ich möchte die CLB abonnieren. Ich erhalte die CLB zunächst für ein Jahr (=12 Ausgaben) zum einmaligen Sonderpreis von DM 117,30 zzgl. Versandkosten (Inland: DM 22,80, Ausland: DM 41,40). Das Abonnement verlängert sich automatisch um ein weiteres Jahr (dann zum Standardpreis), wenn es nicht bis acht Wochen vor Ende des Bezugsjahres gekündigt wird.

## Datum / 1. Unterschrift

Widerrufsrecht: Diese Vereinbarung kann ich innerhalb von 20 Tagen beim Agentur und Verlag Rubikon Rolf Kickuth, Bammentaler Straße 6–8, 69251 Gaiberg, schriftlich widerrufen. Zur Wahrung der Frist genügt die rechtzige Absendung des Widerrufs. Gesehen, gelesen, unterschrieben. Ich bestätige die Kenntnisnahme des Widerrufrechts durch meine 2. Unterschrift.

Datum / 2. Unterschrift

Name/Vorname

Straße/Postfach

Land/PLZ/Ort

Telefon

Tabonnieren ung