

CLB

CHEMIE IN LABOR UND BIOTECHNIK

3
2002

Schema	Zusammensetzung	Funktionalität	Symbol
	$R_3SiO_{1/2}$	monofunktionell	M
	$R_2SiO_{2/2}$	difunktionell	D
	$RSiO_{3/2}$	trifunktionell	T
	$SiO_{4/2}$	tetrafunktionell	Q

Silicon-Chemie

Iod-Chemie

Kalibration

DNA-Sequenzierung

Stickstoffmonoxid

Rubikon

Agentur und Verlag
für technische und
wissenschaftliche Fachinformation

- Zeitschriften
- Broschüren
- Korrespondenzen

verständlich über
technische und wissenschaftliche
Themen im Zusammenspiel mit
Wirtschaft, Umwelt
und Gesellschaft

in Eigenproduktion
und Auftragsarbeit

www.rubikon.de



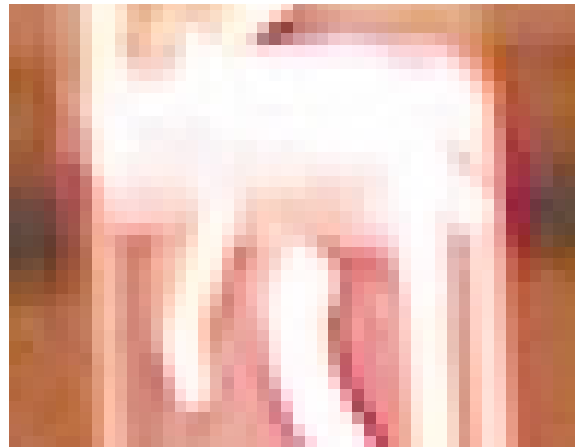
Wir helfen
bei Ihrer
Kommunikations-
aufgabe



Preisausschreiben Ausschnitt aus??

Liebe Leser,

hier sehen Sie einen Ausschnitt aus einem Foto, das in dieser Ausgabe der CLB abgebildet ist. Wenn Sie uns die Seitenzahl des Ursprungsfotos nennen und zusätzlich sagen, welche Information aus dieser CLB Ihnen besonders wichtig war – sei es ein Fachartikel, ein Umschau-Artikel, eine Firmenpräsentation oder eine Produktvorstellung, dann nehmen Sie an der Verlosung von zwei Flaschen eines ausgesuchten Rotweins teil. Er stammt aus Südafrika, ist erdig-schwer, und zufällig trägt er einen Namen, der dem unseres kleinen Verlags mit Ausnahme einer Schreibweisen-Differenz gleicht. Es ist ein Wein, den man auch auf Grund seines Preises nicht jeden Tag trinkt.



Auf

welcher Seite befindet sich das Foto, dem dieser Ausschnitt entnommen worden ist?

Einsendungen mit der richtigen Antwort und einem Hinweis auf die interessanteste Information aus dieser CLB nehmen an der Verlosung des Rubikon-Weines (siehe untenstehendes Bild) teil, wenn sie bis zum Dienstag, den **15. April 2002** die Redaktion erreichen (Brief, Fax oder e-Mail; siehe Impressum). Der Rechtsweg ist ausgeschlossen.

Die Lösung des Preisausschreibens aus der Februar-Ausgabe der CLB war: Seite 54.

Die Gewinner sind:
Markus Sälinger, Michell Instruments Ltd., Friedrichsdorf;
Anne Küster, Paderborn.

Herzlichen Glückwunsch!

Besonders sachlich, informativ und verständlich fanden die meisten Leser den Artikel über den Niembaum.



Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

besondere Stärken hat die CLB seit langem in den Bereichen Aus- und Weiterbildung, aber auch in verständlicher Vermittlung wissenschaftlich-technischer Inhalte. Es freut mich, wenn es in diesen Bereichen Erfolge zu vermelden gibt. Dazu zählt sicherlich die Vortragsreihe von Prof. Georg Schwedt. Eine Momentaufnahme davon finden Sie auf Seite 104. Dazu zählt ebenso, wenn es gelingt, das Interesse der Schüler für Chemie zu erwecken. Eine geeignete Anleitung hilft dabei; in der Februar-Ausgabe hat Prof. Volker Wiskamp ein entsprechendes Projekt vorgestellt; von dessen Erfolg konnte ich mich kürzlich in Darmstadt überzeugen (Seite 104).

Mit den Attributen „verständlich“ und „übersichtlich“ erfüllt der Artikel über Silicone (Seite 84 ff) gleichermaßen den angestammten Auftrag unserer Zeitschrift. Sollten Sie hier Anwendungen vermissen: Der zweite Teil in der kommenden Ausgabe wird sich ausführlich damit befassen. Aber auch die Analytik kommt in dieser Ausgabe nicht zu kurz. Dr. Volkmar Neitzel beschreibt hier besondere Kalibrationsfunktionen. Neue Analytik im Bereich der Biotechnologie stellt der Artikel über Pyrosequencing vor (Seite 99), und Zusammenhänge von Chemie, Biologie und Umwelt vermittelt der Artikel über Iod-Recycling (Seite 94). Damit liegt wohl ein Informationsangebot vor, das die CLB seit langem auszeichnet.

Ich freue mich, dass ich dieses Angebot nun seit einem Jahr vorhalten konnte, insbesondere auch, weil mir Reinhold Ellmer nach Übernahme der Zeitschrift im vergangenen Jahr seine weitere Mitarbeit versicherte (Foto: sein Besuch in unserer Redaktion, hier zusammen mit Natalia Khilian). Nachdem ich nun ein Jahr lang Erfahrungen mit den Thematiken der CLB wie auch mit Reaktionen von Ihnen, liebe Leserinnen und Leser, sammeln konnte, fiel es mir nicht mehr so schwer, dem Wunsch des früheren CLB-Chefredakteurs zu entsprechen, sich nunmehr der Verpflichtung einer monatlichen Produktion und dem damit verbundenen Schaffensdruck zu entziehen. In anderer Weise aktiv bleibt Reinhold Ellmer bestimmt auch weiterhin, selbst wenn am 2. April die Feier zum 75. Geburtstag ansteht. Ich bedanke mich für jede Unterstützung, die mir Reinhold Ellmer gegeben hat, aber auch für alle die oft unbezahlte Zeit und Energie, die er in seine Arbeit für die Zeitschrift, für die Vermittlung verständlichen naturwissenschaftlichen und technischen Wissens allgemein investiert hat, und auch für seine Motivation junger Menschen für Naturwissenschaften.

Ihr



Impressum

CLB
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: redaktion@clb.de

Herausgeber:

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

Redaktion:

Rolf Kickuth (RK, verantwortlich; E-Mail: kickuth@clb.de),
Dr. Maren Bulmahn (MB, E-Mail: bulmahn@clb.de)
Telefon (0 62 23) 97 07 43, Fax (0 62 23) 97 07 41

Redaktion CLB-Memory:

Reinhold Ellmer, Am Kornfeld 49, 58239 Schwerte
Telefon (0 23 04) 8 18 54, Fax (0 23 04) 8 32 71

Ständige Mitarbeiter:

Dr. Mechthild Kässer, Diekholzen; Prof. Dr. Erika Krakovská, Kosice;
Hans Dietrich Martin, Köln; Dr. Ognian Serafimov, Konstanz; Dr. Hans-Heinrich Vogt, Alzenau; Jürgen Wagner, Weinheim; Hans-G. Winkler, Meyenfeld; Dr. Röbbbe Wünschiers, Köln.

VBTA-Verbandsmitteilungen:

Thomas Wittling, Raiffeisenstraße 41, 86420 Diedorf,
Telefon (08 21) 3 27-23 30, Fax (08 23 8) 96 48 50
E-Mail: info@vbta.de

Anzeigenberatung: Lutz Krampitz

Am Schützenhaus 8, 47055 Duisburg
Telefon (02 03) 73 85-1 64, Fax (02 03) 73 85-1 65
E-Mail: anzeigen@clb.de

Abonnentenbetreuung: Natalia Khilian

CLB, Agentur & Verlag Rubikon
Bammentaler Straße 6–8
69251 Gaiberg bei Heidelberg
Telefon (0 62 23) 97 07 43, Fax (0 62 23) 97 07 41
E-Mail: service@clb.de

Layout und Satz: Agentur & Verlag 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 – 6,90 €, im Abonnement jährlich 70,50 € zuzüglich Versandkosten; ermäßigter Preis für Schüler, Studenten und Auszubildende (nur gegen Vorlage der Bescheinigung) jährlich 57,00 € 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. 42 vom 1.1.2002. 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

Silicon-Chemie (1) Silicone – Multitalente aus Sand

Dr. Jürgen Pfeiffer, Wacker-Chemie GmbH, Burghausen
Prof. Dr. Johann Weis, Wacker-Chemie GmbH, München

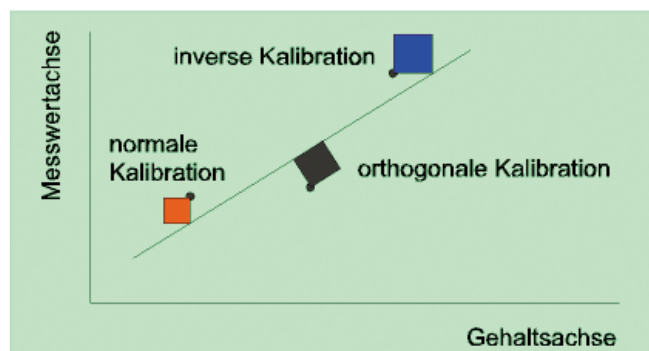
Silicone, organische Abkömmlinge des Siliciumdioxids, haben in unserer Gesellschaft in den letzten Jahrzehnten einen festen Platz in einer kaum mehr zu überschauenden Anzahl von Anwendungen gefunden. Begründen lässt sich diese weite Verbreitung durch das breite Spektrum an Möglichkeiten, die Eigenschaften der Silicone einer bestimmten Anforderung anzupassen, die hervorragende Umweltverträglichkeit dieser Verbindungen und nicht zuletzt die günstige Rohstoffbasis. Die Strukturvielfalt der Silicone macht diese Stoffklasse zudem zu einem prädestinierten Forschungsgebiet zur Untersuchung von Struktur-Wirkungs-Beziehungen auf dem Weg zu neuen Anwendungen.

Seite
90

Die Kalibration von Analysenverfahren (Teil 3) Besondere Kalibrationsfunktionen

*Dr. Volkmar Neitzel, Ruhrverband,
Leiter Zentrale Aufgaben, Essen*

Der größte Teil der in Laboratorien verwendeten Kalibrationsfunktionen gehört zu den linearen und nicht linearen. Sie wurden in den Teilen 1 und 2 dieser Publikation behandelt [CLB 01/2002, 02/2002]. Beide Typen setzen normalverteilte Werte bei Wiederholmessungen und Varianzenhomogenität am oberen und unteren Ende des Arbeitsbereichs voraus. Außerdem wird angenommen, dass immer nur die Messwerte fehlerbehaftet sind, nicht jedoch die Gehaltsgrößen, die bei einer Kalibration vorgegeben werden.



Bei der klassischen Vorgehensweise in der Kalibration wird die Summe der Abstandsquadrate zwischen Messpunkten und Kalibrationsgerade minimiert. Im Fall der inversen Kalibration minimiert man die Summe der Abstandsquadrate mit waagerechtem Abstand zwischen Messpunkt und Kalibrationsgerade.

Seite 94 Iod-Chemie
Iod-Recycling

Prof. Dr. Wolfgang Hasenpusch, Hanau

Iod gehört zu den selteneren Elementen auf der Erde. Entsprechend hoch liegt sein Preis. Die jährliche Produktion aus Salzlagerstätten liegt bei 15.000 Tonnen. Für den Menschen gehört Iod zu den essenziellen Spurenelementen, in höheren Konzentrationen ist es jedoch gesundheitsschädlich. Der überwiegende Teil des Iods findet in Form von Verbindungen Einsatz in der Pharma- und Sanitärindustrie sowie zur Herstellung von Fotoemulsionen, Farben, Katalysatoren und Nahrungsmitteln. Toxizität sowie der hohe Preis des Iods und seiner Verbindungen zwingen nicht erst seit Inkrafttreten des Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetzes 1998 zur Rückgewinnung, wenn immer sich eine Möglichkeit bietet. Der übliche Weg verläuft über die Reduktion des Iodats(V) mit Schwefeldioxid zum Iodid und anschließender Synproportionierung von Iodid und Iodat zum Iod.

Seite 99 Sequenzierung in neuem Licht
Pyrosequencing

Dr. Mechthild Kässer, Diekholzen

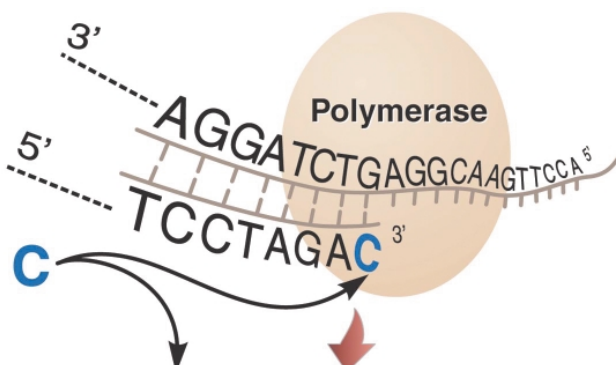
Die Entschlüsselung des Erbguts mit Hilfe automatisierter Sequenziermaschinen ist heute eine Schlüsseltechnologie der Lebenswissenschaften. Ihre Ergebnisse sind in allen Bio-Bereichen stark nachgefragt und bilden oft Ausgangspunkt und neuen Ansatz für modernste Forschung und Entwicklung.

UMSCHAU

- 102 **Die 2. LifeCom: Nah am Arbeitsmarkt in Ausstellung und Vorträgen**
- 103 **Stickstoffmonoxid: Nach zehn Jahren Neues vom „Molekül des Jahres 1992“**
- 104 **Wissenschaft populär: Starker Zulauf von jung und alt**
- 105 **VBTA Mitgliederversammlung 2002**
- 105 **GDCh-Preis für Peter Jutzi Ausgezeichnete Siliconforschung**
- 105 **In Erlangen, Mülheim und Krakau: Neue Erkenntnisse über die Ringprobe**

RUBRIKEN

- 82 **IMPRESSUM**
- 98 **TERMINE**
- 106 **SOFTWARE**
- 107 **LITERATUR**
- 108 **WIRTSCHAFT**
- 113 **STELLENMARKT**
- 114 **FORSCHUNG UND TECHNIK**
- 116 **NEUE PRODUKTE**
- 119 **BEZUGSQUELLEN-VERZEICHNIS**



CLB-MEMORY

- Natürliche Aminosäuren M 17
- Labortips (15)..... M 20
- Frühe Labortechnik M 21
- Dankesworte von Reinhold Ellmer M 24

Titelbild

Das Titelbild zeigt Reinstsilicium, einen Siliciumeinkristall aus dem Czochralski-Verfahren und Silicium-Wafer verschiedener Größen zur Herstellung von integrierten Schaltkreisen. Einmontiert wurde eine Systematik von Siliconbausteinen (siehe Artikel Seite 84).

Silicone – Multitalente aus Sand

Dr. Jürgen Pfeiffer, Wacker-Chemie GmbH, Burghausen
Prof. Dr. Johann Weis, Wacker-Chemie GmbH, München

Silicone, organische Abkömmlinge des Siliciumdioxids, haben in unserer Gesellschaft in den letzten Jahrzehnten einen festen Platz in einer kaum mehr zu überschauenden Anzahl von Anwendungen gefunden. Begründen lässt sich diese weite Verbreitung durch das breite Spektrum an Möglichkeiten, die Eigenschaften der Silicone einer bestimmten Anforderung anzupassen, die hervorragende Umweltverträglichkeit dieser Verbindungen und nicht zuletzt die günstige Rohstoffbasis. Die Strukturvielfalt der Silicone macht diese Stoffklasse zudem zu einem prädestinierten Forschungsgebiet zur Untersuchung von Struktur-Wirkungs-Beziehungen auf dem Weg zu neuen Anwendungen.



Kaum ein Gebiet der Chemie hat in den letzten Jahrzehnten – häufig unbemerkt – den technischen Fortschritt so mitbestimmt wie das des Siliciums und seiner Verbindungen. Ob in der Elektronikindustrie, der Bauchemie, Automobil- und Lacktechnologie oder im Bereich Human Care: Viele äußerst leistungsfähige und wirksame Produkte wären ohne die stürmische Entwicklung der Chemie des Siliciums nicht oder nur unter äußerst großem Aufwand realisierbar.¹

Lange Zeit war die Verwendung von Silicium auf Anwendungen von oxidischen Verbindungen als Keramiken, Gläser und Baustoffe beschränkt. Dabei war es durchaus naheliegend, nach weiteren technischen Anwendungen von Silicium zu suchen, ist es

¹ Eine hervorragende Übersicht findet man in: W. Noll, Chemie und Technologie der Silicone, Verlag Chemie, Weinheim, 1968. Eine Übersicht über neuere Entwicklungen bietet: R.G. Jones, W. Ando, J. Chojnowski (Hrsg.), Silicon-containing Polymers, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2000.

Verbindung	Kp [°C]	Anteil im Rohsilangemisch [Gewichts%]
Me ₂ SiCl ₂	70	70 - 90
MeSiCl ₃	66	5 - 15
Me ₃ SiCl	57	2 - 4
MeHSiCl ₂	41	1 - 4
Me ₂ HSiCl	35	0,1 - 0,5

Tabelle 1: Typische Rohgemischzusammensetzung aus der Müller-Rochow-Synthese.

doch nach Sauerstoff mit 25 % Anteil das zweithäufigste Element der Erdkruste. Doch erst in der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts wurde mit der Entwicklung von zwei technischen Verfahren – der Müller-Rochow-Synthese zur Herstellung von Methylchlorsilanen und der thermischen Zersetzung von Trichlorsilan zu hochreinem polykristallinem Silicium – die rasante Entwicklung neuer Anwendungsfelder ermöglicht. Der enorme Bedeutungsgewinn lässt sich am besten am Anstieg der Produktion der Methylchlorsilane als Bausteine für Silicone ersehen: Während 1950 etwa 1000 Tonnen produziert wurden, waren es 1977 bereits 380000 Tonnen und 1991 hatte die Produktion die Ein-Millionen-Tonnen-Grenze überschritten.

■ Die technische Basis: Der Müller-Rochow-Prozess

Der grundlegende technische Prozess zur Gewinnung wirtschaftlich wertvoller Silicium-Verbindungen wurde nahezu gleichzeitig und unabhängig voneinander von E.G. Rochow [1] und R. Müller [2] entdeckt. In diesem Verfahren wird elementares Silicium, das schon ab etwa 1916 zum Legieren von Aluminium mit einer Reinheit von 98-99 % hergestellt wurde, in deutlich verbesserter Qua-

lität zumeist unter Verwendung von Kupfer als Katalysator sowie weiteren Cokatalysatoren mit Alkylhalogeniden umgesetzt (Schema 1). Dabei wird ein Gemisch verschiedener Organohalogenilsilane erhalten, die durch hocheffiziente fraktionierte Destillation voneinander getrennt werden.

Bei dem Müller-Rochow-Prozess handelt es sich um eine äußerst komplizierte, heterogen-katalysierte Gas-Festphasen-Synthese, deren Einzelschritte bis heute trotz intensiver Forschungen noch nicht vollständig verstanden sind [3]. So haben Additive wie Zink oder Zinn, Parameter wie Druck und Temperatur, die Bauart der Syntheseapparatur oder auch die Herkunft beziehungsweise Vorbehandlung des eingesetzten Siliciums enormen Einfluß auf die Effizienz des Prozesses sowie die Zusammensetzung des Reaktionsgemisches (Tabelle 1).

Schema 1:
Die Müller-Rochow-Synthese

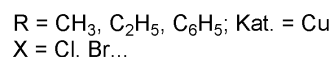
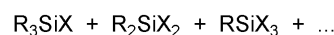
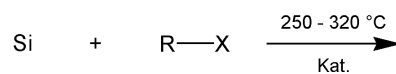




Abbildung 1:
Reinstsilicium, Siliciumeinkristall aus dem Czochralski-Verfahren und Silicium-Wafer verschiedener Größen zur Herstellung von integrierten Schaltkreisen.

Durch Variation dieser verschiedenen Faktoren gelingt die Prozess-Steuerung heute so gut, dass man das für die Chemie der Silicone wichtigste Organohalogenosilan R_2SiCl_2 mit einer Selektivität von 70 – 90 % erhalten kann.

Eine Vielzahl verschiedener Halogenide wurde in derartigen sogenannten *Direktsynthesen* eingesetzt, wie Ethylchlorid, Butylchlorid, verschiedene Bromide oder auch Phenylhalogenide. Diese Untersuchungen basierten fast ausschließlich auf der grundlegenden Arbeit von E.G. Rochow [4]. Von der Vielzahl untersuchter Organohalogenosilane haben sich jedoch die Methylchlorosilane als einzig wirtschaftlich wichtige erwiesen.²

■ Die Hydrogenolyse von Trichlorsilan – die Basis der modernen Computertechnologie

Ersetzt man die Alkylchlorverbindung im Müller-Rochow-Prozess (Schema 1) durch Chlorwasserstoff, so erhält man die technisch ebenfalls wichtigen Chlorsilane der allgemeinen Formel H_nSiCl_{4-n} ($n = 0 - 3$), die ebenso wie die Methylchlorosilane durch fraktionierte Destillation in hoher Reinheit hergestellt werden können.

E. Wiberg und P. Amberger konnten 1950 zeigen, daß das dabei als

² In neuerer Zeit wurden erfolgreich große Anstrengungen unternommen, Alkoxysilane, die gewöhnlich durch Alkoholyse von Chlorsilanen gewonnen werden, auf direktem Weg durch Umsetzung von Silicium mit Methanol zu gewinnen.

Hauptprodukt entstehende Trichlorsilan $HSiCl_3$ unter Wasserstoffzufuhr thermisch zu hochreinem, polykristallinem Silicium reagiert (Abbildung 1), wobei als wesentliche Nebenprodukte Chlorwasserstoff und Siliciumtetrachlorid gebildet werden. Dieses Silicium bot zum ersten Mal die notwendige Reinheit, um aus daraus selektierten Einkristallen Transistoren und einfache integrierte Schaltkreise zu entwickeln.

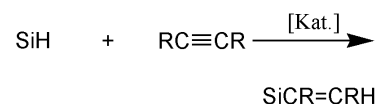
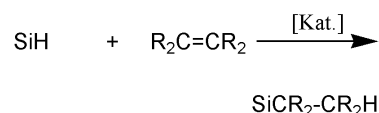
Erst die verschiedenen Methoden der Einkristall-Züchtung aus polykristallinem Silicium, wie das Tiegelzieh- (Czochralski-Verfahren [5]) und das Zonenziehverfahren sowie die immer größer werdende Genauigkeit in der Lithographie-Technik haben die Entwicklung leistungsstarker und hochkomplexer integrierter Schaltkreise für Computer ermöglicht, die aus unserem heutigen täglichen Leben nicht mehr wegzudenken sind.

■ Chemie an Chlorsilanen – der Weg zu organofunktionellen Siliconen

In den Jahrzehnten seit der bahnbrechenden Entwicklung des Müller-Rochow-Prozesses wurde eine ganze Reihe von Syntheseverfahren zur Modifizierung von Silan-Monomerbausteinen entwickelt. Durch diese Verfahren, auf die hier nur zusammenfassend eingegangen werden kann, konnte die Strukturfülle von Silanen sowie Siliconen und damit die Anzahl der resultierenden Anwendungen enorm erweitert werden.

Die wohl wichtigste Veredelung von Silanen, die sogenannte Hydrosi-

Schema 2:
Hydrosilylierungs-Reaktionen mit Alkenen und Alkinen



Kat.: [Pt], Pt/C, [Pd], [Ru], [Ir]...



lylierung [6], wurde 1947 erstmals beobachtet [7] und fand durch die Entdeckung, dass viele Übergangsmetalle und deren Verbindungen diese Reaktion zu katalysieren vermögen [8], sehr schnell Einzug in die industrielle Produktion. Bei der Hydrosilylierung handelt es sich um die Umsetzung eines Silans, welches eine Si-H-Bindung enthält, mit einem organischen Molekül, welches eine ungesättigte Funktionalität aufweist (Schema 2).

Durch die Wahl der Reaktionsbedingungen, des Katalysators oder auch der Reaktionsführung lässt sich diese Reaktion häufig so genau steuern, dass sehr effizient fast ausschließlich das gewünschte Zielprodukt – das heißt zum Beispiel bei unsymmetrisch substituierten Alkenen das β -Produkt (in welchem das Siliciumatom am weniger substituierten Kohlenstoffatom gebunden ist) – erhalten wird.³ Auch für die Vernetzung von Siliconpolymeren ist diese Reaktion von enormer Bedeutung (siehe unten).

Substituenten, die zum Beispiel aufgrund ihrer Struktur nicht durch eine Hydrosilylierung in ein Silan eingeführt werden können,⁴ sind oftmals durch metallorganische Reaktionen mit dem Siliciumatom verknüpfbar.

³ Bei unsymmetrisch gebauten organischen Verbindungen mit ungesättigter Funktionalität ist bei einer Hydrosilylierung die Bildung von zwei Regioisomeren möglich. Daneben führen weitere Nebenreaktionen, z.B. Umverteilungen von Substituenten am Silicium oder Hydrierungen zu Nebenprodukten, deren Bildung durch optimierte Reaktionsbedingungen im Einzelfall fast vollständig unterdrückt werden kann.

⁴ So führt z.B. der Einsatz von 2-Methyl-1-propen aufgrund des besonderen Mechanismus der Hydrosilylierung nicht zur Bildung eines tertiär-Butyl-Silans, sondern vornehmlich zu einem iso-Butylsilan.

Die klassische Grignard-Reaktion, also die Reaktion einer magnesiumorganischen Verbindung mit einer Chloralkylverbindung, konnte erstmals von W. Dilthey und F.S. Kipping [9] auf Chlorsilane übertragen werden (Schema 3). Grundsätzlich sind diese Umsetzungen auch mit anderen metallorganischen Reagentien möglich, in denen der organische Rest nucleophilen Charakter aufweist, wie Organolithium-Verbindungen. Allerdings sind diese Reagentien aufgrund schwieriger Handhabbarkeit sowie höherer Kosten von geringerer Bedeutung.

Abschließend seien noch Substituentenaustausch-Reaktionen am Silicium erwähnt. Dabei führt der Austausch sowohl von organischen als auch anorganischen Substituenten in Syn- oder Disproportionierungsreaktionen zu einer neuen Produktverteilung (Schema 4). Katalysiert werden diese Reaktionen sehr häufig durch klassische Friedel - Crafts - Katalysatoren, von denen vor allem das Aluminiumtrichlorid technisch sehr häufig eingesetzt wird. Der besondere Wert dieses Reaktionstyps beruht auf der Tatsache, dass an sich unerwünschte Nebenanfallsilane aus dem Müller-Rochow-Prozess durch Änderung des Alkylierungsgrades oder Einführung von Wasserstoff-Substituenten in wertvolle Zwischenprodukte überführt werden können [10].

Die Vielfalt der zur Synthese von Siliconen zur Verfügung stehenden Silan-Monomeren wird über die beschriebenen Möglichkeiten hinaus nochmals enorm durch die Übertragung verschiedenster Methoden der organischen Synthese wie zum Beispiel nucleophile Substitutionsreaktionen auf Siliciumverbindungen er-

Schema	Zusammensetzung	Funktionalität	Symbol
	$R_3SiO_{1/2}$	monofunktionell	M
	$R_2SiO_{2/2}$	difunktionell	D
	$RSiO_{3/2}$	trifunktionell	T
	$SiO_{4/2}$	tetrafunktionell	Q

Tabelle 2:
Systematik der Siliconbausteine

weitert. So können „organofunktionelle“ Silane mit reaktiven Gruppen erhalten werden, von denen mit Amino-, Epoxy-, Methacryl- oder Isocyanat-Gruppen nur einige wenige genannt seien. Durch Einführung solcher Monomere in Silicone läßt sich die Vielzahl der Anwendungsmöglichkeiten dieser Substanzklasse nochmals erheblich erweitern.

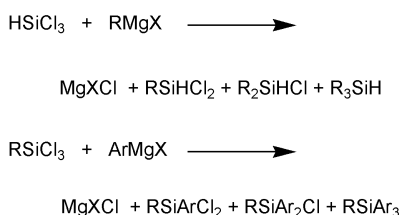
Systematik der Silicone

Der Begriff „Silicon“ ist historischen Ursprungs und entstand aus der Erwartung, eine dem Kohlenstoff vergleichbare Silicium-Chemie entwickeln zu können (Silicon als Analogon zum Keton). Eine treffendere Bezeichnung für die Gruppierung Si-O-Si ist der Ausdruck Siloxan,

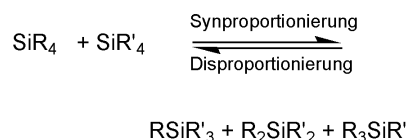
womit die Silicone korrekterweise als Polysiloxane zu bezeichnen sind. Es hat sich eingebürgert, den Ausdruck Silicon vor allem im Zusammenhang mit technischen Anwendungen von Polysiloxanen zu verwenden. Beide Ausdrücke werden hier im Sinne dieser Unterscheidung verwendet.

Durch die Vielzahl der möglichen bei der Synthese eines Polysiloxans einsetzbaren Monomere hat sich zur Charakterisierung der einzelnen Poly-

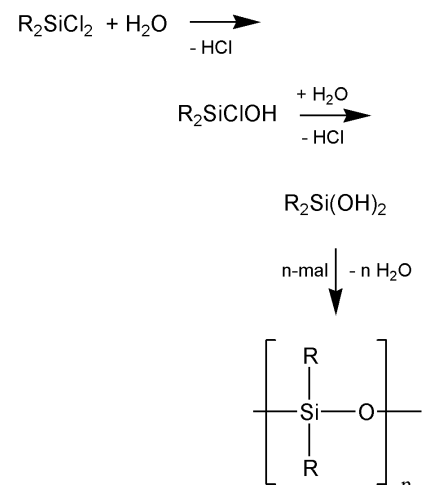
Schema 3:
Grignard-Reaktionen an Chlorsilanen

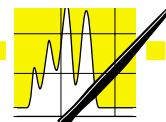


Schema 4:
Syn- und Disproportionierungsreaktionen an Silanen



Schema 5:
Hydrolyse-/ Kondensationsreaktion von Chlorsilanen





siloxan-Bausteine eine einheitliche Systematik eingebürgert (Tabelle 2).

Dabei wird davon ausgegangen, daß jedes Sauerstoffatom zwei Siliciumatome verbrückt, wodurch es jedem dieser Siliciumatome nur zur Hälfte zuzuordnen ist. Die Anzahl der mit einem Siliciumatom verbundenen Sauerstoffatome bestimmt die „Funktionalität“. So ist die Baueinheit R_3Si-O- *monofunktionell* (M), die Einheit $-O-Si(R_2)-O-$ *difunktionell* (D) usw.

Die unübersehbare Vielfalt möglicher Polysiloxane liegt nun in der Tatsache begründet, dass diese vier prinzipiell möglichen Bausteine zu beliebigen Anteilen kombinierbar sind. So lassen sich aus difunktionellen Einheiten allein, wie dem Me_2SiCl_2 , lange kettenförmige Polymere oder cyclische Oligomere gewinnen. Bringt man zusätzlich trifunktionelle oder tetrafunktionelle Bausteine ein, so lassen sich diese Ketten oder Ringe „quervernetzen“, wodurch man dreidimensionale Strukturen erhält. Durch die Monomer-Zusammensetzung (M, D, T, Q) und zusätzlich natürlich durch die verschiedenen organischen Substituenten am Silicium lassen sich damit maßgeschneiderte Silicone für verschiedenste Anwendungen herstellen.

■ Herstellungsverfahren

Bei der Synthese von Polysiloxanen sind drei verschiedene chemische Reaktionen von herausragender Bedeutung:

1. Hydrolyse-/Kondensationsreaktionen
2. Polymerisationen
3. Nichthydrolytische Kondensationsreaktionen

Der wichtigste chemische Reaktionstyp zur Synthese von Polysiloxanen ist die Hydrolyse-/Kondensationsreaktion von (Methyl-)Chlorsilanen. Dabei wird ein Silan-Monomer oder eine Mischung verschiedener Monomere kontrolliert mit Wasser

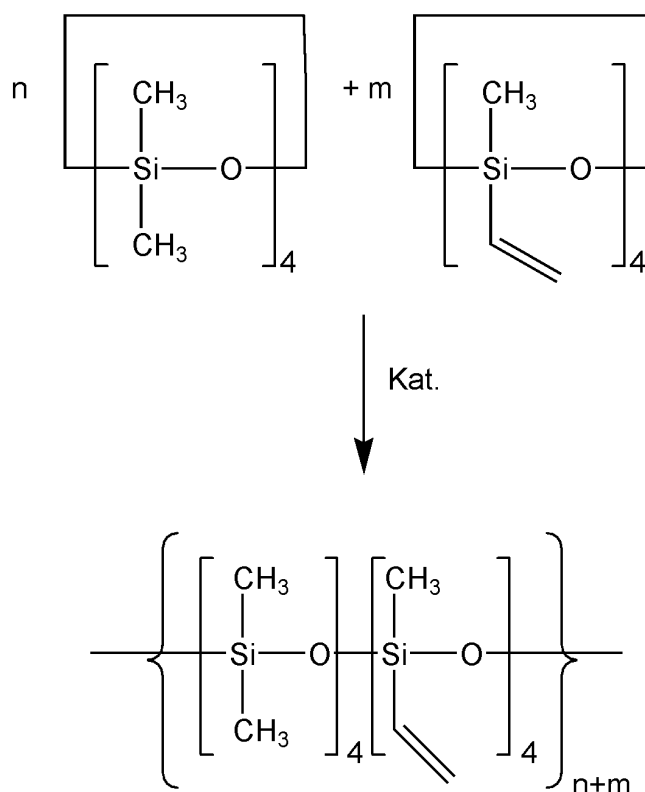
vereinigt. In einem ersten Reaktionsschritt werden dabei die in den Monomeren vorhandenen $SiCl$ -Bindungen hydrolytisch gespalten, wodurch unter Freiwerden von Chlorwasserstoff Silanole gebildet werden (Schema 5).⁵ Diese Silanole sind jedoch zu meist nur instabile Zwischenstufen, aus denen in einem zweiten Reaktionsschritt unter Abspaltung von Wasser die Siloxaneinheiten $\equiv Si-O-Si \equiv$ gebildet werden. Handelt es sich bei dem eingesetzten Monomer zum Beispiel um Dichlordimethylsilan, so erhält man kettenförmige oder cyclische Moleküle der allgemeinen Formel $-[O-Si(CH_3)_2]_n-$.

Die Reaktionsbedingungen haben dabei entscheidenden Einfluß auf die Zusammensetzung des Produktgemisches und lassen sich in einem sehr breiten Spektrum variieren. So führt ein großer Wasserüberschuß bei der Hydrolyse/Kondensation zu Polysiloxanen, die reich an reaktiven Silanolgruppen sind. Führt man die Reaktion dagegen nicht mit Wasser, sondern mit Salzsäure durch, so kann man den Anteil an cyclischen Oligosiloxanen bis zu 70 % steigern, wogegen wie-

derum die Reaktion in Anwesenheit von Schwefelsäure fast ausschließlich zur Bildung von linearen Polymeren führt. Auch durch die Anwesenheit verschiedener Lösungsmittel läßt sich das Ergebnis der Hydrolyse-/Kondensationsreaktionen in weiten Bereichen variieren.

Unter *Polymerisationsreaktionen* sind im Bereich der Polysiloxan-Chemie all solche Reaktionen zu verstehen, bei denen bestehende $-Si-O-Si-$ Gruppen aufgespalten und neu verknüpft werden. Dabei können entweder nur ein Siloxan-Typ oder aber auch verschiedene Typen beteiligt sein. In letzterem Fall spricht man von *Copolymerisation*. Diese Reaktion ist am Beispiel der ringöffnenden Copolymerisation von D_4 (Octamethylcyclotetrasiloxan) mit D_4^v (1,3,5,7-Tetramethyl-1,3,5,7-tetravinylcyclotetra-

Schema 6:
Copolymerisation verschiedener Cyclotetrasiloxane



⁵ Der bei der Hydrolyse von Chlorsilanen freiwerdende Chlorwasserstoff wird zurückgeführt und mit Methanol zu Methylchlorid, dem organischen Ausgangsstoff der Müller-Rochow-Synthese, umgesetzt. Damit wird ein Großteil des Chlorwasserstoffs im Kreis geführt.

tra-siloxan) in Schema 6 gezeigt. Diese Reaktion läßt sich rein thermisch durchführen oder aber – eleganter – in Anwesenheit von Katalysatoren wie zum Beispiel Schwefelsäure, Lewis-Säuren wie SnCl_4 oder auch Basen.

Der Begriff *Nichthydrolytische Kondensationen* umfasst eine ganze Reihe verschiedener Reaktionen, denen allen gemein ist, dass gleiche oder verschiedene Silan-Monomere unter Abspaltung von Kondensationsprodukten zu Siloxanen kondensieren, ohne dass der Reaktion Wasser zugeführt wird. Exemplarisch seien hier die Reaktionen von Chlorsilanen mit Alkoxysilanen unter Friedel-Crafts-Katalyse (Abspaltung von Chloralkanen) oder die Kondensation von Alkoxysilanen mit Silanolen (Abspaltung von Alkoholen) erwähnt. Verschiedene derartige Reaktionen werden eingesetzt z.B. bei der Synthese von Polysiloxanen mit definierter Kettenlänge oder bei der Synthese von Copolymeren, die aufgrund der verschiedenen Hydrolyse-Eigenschaften der Monomere durch eine einfache Cohydrolyse nicht zugänglich sind.

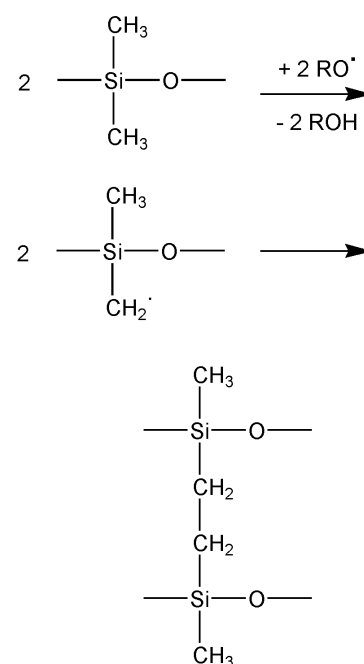
Die bislang beschriebenen chemischen Reaktionen sind zu unterscheiden von den technischen Syntheseschritten der *Hydrolyse*, *Nachkondensation* und *Vernetzung*.

Technisch erfolgt die Herstellung von Polysiloxanen zumeist in zwei Stufen: Wie oben beschrieben, wird dabei zunächst ein chlorhaltiges Silan oder ein Gemisch verschiedener solcher Silane mit Wasser zur Reaktion gebracht. Diese *Hydrolyse*-Reaktion ist gleichzeitig begleitet von Kondensationsreaktionen, die allerdings oftmals nur unvollständig ablaufen, so dass größere Mengen an freien Silanol-Einheiten $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ erhalten bleiben. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Silanole unter anderem in Abhängigkeit von der Anzahl der an einem Siliciumatom gebundenen OH-Gruppen, der Sperrigkeit und Elektro-

negativität der am Silicium gebundenen organischen Substituenten und der Reaktionsparameter, wie Temperatur oder pH-Wert, unterschiedlich stabil sind und damit eine verschieden stark ausgeprägte Tendenz zur Kondensation mit anderen Silanolen aufweisen. Die Vernetzung solcher verbleibender Silanolgruppen wird technisch im Schritt der *Nachkondensation* erreicht.

Diese kann rein thermisch erfolgen, eleganter jedoch durch den Einsatz von Katalysatoren. Die Wirkung dieser Katalysatoren kann zum Beispiel auf ihren wasserentziehenden Eigenschaften beruhen. Zu dieser Klasse kann man zum Beispiel Schwefel- oder Phosphorsäure, Phosphornitridhalogenide oder auch Acetylchlorid zählen. Bei Einsatz dieser Verbindungen können jedoch häufig gleichzeitige Um- und Abbaureaktionen am schon bestehenden Polysiloxangerüst nicht ausgeschlossen werden. Eine sehr wichtige Rolle als Kondensationskatalysatoren spielen organische Metallverbindungen, die in der Technologie der Siliconharze und der kaltvulkanisierbaren Siliconkautschuke unverzichtbar sind. Die wichtigsten Vertreter dieser Katalysatorklasse sind Diorganodiester des Zinns wie zum Beispiel Dibutylzinn-dilaurat.⁶

Der Übergang zum Begriff der *Nachvernetzung* ist fließend. Nicht immer ist das Vorhandensein von freien Silanol-Funktionen in einem Silicon-Produkt unerwünscht. Im Gegenteil: Die soeben beschriebene metallkatalysierte Kondensationsvernetzung ist die Basis einer Vielzahl von Siliconprodukten wie dem schon erwähnten kaltvulkanisierenden Siliconkautschuk. In diesem liegen zumeist jedoch nicht freie Silanolgruppen vor, sondern Alkoxy- oder Acetoxysilylgruppen, die unter Einfluß von Luftfeuchtigkeit zu Silanolen hydrolysieren und dann unter Metallkatalyse kondensieren. Diese Silicone sind ein Beispiel für sogenannte RTV Systeme (Raumtemperaturvernetzen-



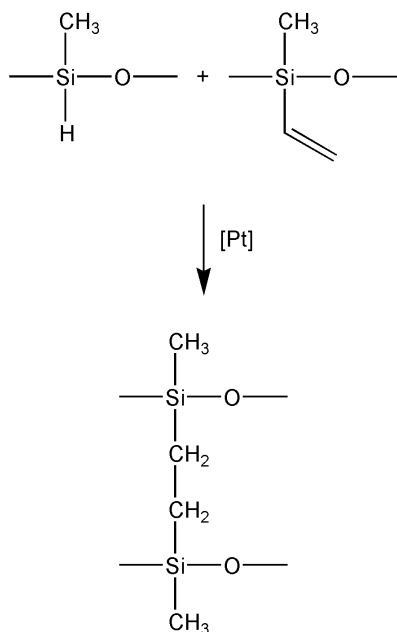
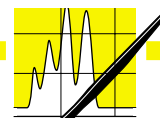
Schema 7:
Peroxidische Quervernetzung
an Poly(dimethyl)siloxanen

de Systeme). Dabei können den Polysiloxanen zusätzlich vernetzend wirkende Silane, wie Tetraethoxysilan oder Methyltriacetoxysilan zugegeben werden.⁷ Sind alle Komponenten (Polysiloxan, Vernetzer, Kondensationskatalysatoren, Füllstoffe, Additive etc.) in einer Formulierung vorge-mischt, so spricht man von RTV-1 Systemen. Eine weitere Möglichkeit besteht jedoch in der Bereitstellung zweier Komponenten, von denen zum Beispiel die erste das Polysiloxan inklusive Füllstoffe und die zweite einen Vernetzer und den Kondensationskatalysator enthält. In diesem Fall spricht man von RTV-2 Systemen.

Zwei weitere Vernetzungstechniken mit großer Bedeutung sind die peroxidische Vernetzung von Poly(dialkyl)siloxanen sowie die platinkatalysierte Vernetzung von H-Polysiloxanen mit Poly(vinyl)siloxanen. Bei dem ersten Verfahren wird zum Beispiel ein Polydimethylsiloxan oder ein Copolymer aus Dimethyl- und Methylvinylsiloxan-Einheiten mit einem organischen Peroxid, zum Beispiel Dibenzoylperoxid oder Dicumylperoxid, versetzt und in einem formgebenden Prozeß auf eine Temperatur erhitzt, die ausreicht, um die Peroxide in Radikale zu zersetzen. Bei reinen

6 In neuerer Zeit sind derartige Zinnverbindungen in die Kritik geraten, da man diesen Substanzen und ihren Abbauprodukten schädliche Nebenwirkungen nachsagt. Moderne Entwicklungen gehen deshalb in Richtung zinnfreier Systeme.

7 Die bei der Hydrolyse des Vernetzers Methyltriacetoxysilan freiwerdende Essigsäure erklärt den bei der Verarbeitung von Fenster- oder Fugendichtmassen auf Siliconbasis zu beobachtenden Geruch nach Essig.



Schema 8:
Platinkatalysierte
Vernetzung von Polysiloxanen

Polydimethylsiloxanen ist die vernetzende Wirkung wohl auf die Abstraktion eines Wasserstoffatoms aus einer Methylgruppe durch das entstandene organische Radikal und Ausbildung einer Ethenbrücke zwischen den Polysiloxanketten zu sehen (Schema 7). Besonders leicht sprechen jedoch vinylgruppenhaltige Polysiloxane auf diese radikalische Vernetzung an, wobei allerdings nicht zwei Vinyl-, sondern eine Vinyl- mit einer Methylgruppe zu einer Propylenbrücke vernetzen. Da der Zerfall der Peroxide in die vernetzend wirkenden Radikale zumeist erst bei Temperaturen über 100 °C erfolgt, spricht man auch von HTV-Systemen (Hochtemperaturvernetzende Systeme).⁸

Eine weitere Vernetzungstechnik von herausragender Bedeutung ist die platinkatalysierte Vernetzung von H-Polysiloxanen, also solchen Polysiloxanen, die siliciumgebundenen Was-

serstoff tragen, mit vinylgruppenhaltigen Polysiloxanen unter Hydrosilylierung (Schema 8). Dabei wird vor Gebrauch das H-Polysiloxan, welches schon den entsprechenden Platinkatalysator enthält, mit dem entsprechenden vinylhaltigen Polysiloxan gemischt. Der große Vorteil dieses Verfahrens liegt in der Tatsache, dass sich die Aktivität des eingesetzten Katalysators sehr genau einstellen lässt. Damit ist es möglich, Siliconmassen herzustellen, die nach einer sehr genau definierten Zeit von zum Beispiel wenigen Minuten zum Elastomer aushärten. Auch lässt sich die Temperatur, ab der die Vernetzungsreaktion einsetzt, sehr genau einstellen. Hierbei handelt es sich also um RTV-2 bzw. HTV-2 Systeme (2-Komponenten-Systeme).⁹

Literatur:

- [1] General Electric Co., US 2,380,995, 1941 (E.G. Rochow).
- [2] VEB Silikonchemie, DD 5,348, 1942 (R. Müller).
- [3] a) M.P. Clarke, J. Organomet. Chem. 1989, 376, 165-222; b) R.J. Voorhoeve, Organosilanes, Precursors to Silicones, Elsevier, Amsterdam, 1967, S. 244-282.
- [4] E.G. Rochow, J. Am. Chem. Soc. 1945, 67, 963.
- [5] J. Czochralski, Z. Physik. Chem. 1918, 92, 219-221.
- [6] B. Marciniak (ed.), Comprehensive Handbook of Hydrosilylation, Pergamon Press, New York, 1992.
- [7] a) L.H. Sommer, E.W. Pietrusza, F.C. Whitmore, J. Am. Chem. Soc. 1947, 69, 1881; b) C.A. Burkhard, R.H. Kriehle, J. Am. Chem. Soc. 1947, 69, 2687.
- [8] a) Union Carbide, US 2 637 738, 1953 (G.H. Wagner); b) J.L. Speier, Adv. Organomet. Chem. 1979, 407-447.
- [9] a) W. Dilthey, Chem. Ber. 1904, 37, 319; b) F.S. Kipping, Proc. Chem. Soc. (London) 1904, 20, 15.
- [10] Bayer AG, DE-OS 3 410 644, 1984 (K. Feldner, W. Grape)



Die Autoren:

Dr. Jürgen Pfeiffer, geboren im Februar 1967, studierte Chemie an der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität in Bonn. 1997 promovierte er im Arbeitskreis von Prof. K.-H. Dötz mit einer Arbeit über katalytische Cyclopropanierungsreaktionen und neuen Syntheswegen zu Carbenkomplexen der VI. Nebengruppe. Nach einem Postdoc-Aufenthalt in der Gruppe von Prof. U. Schubert (Technische Universität Wien) mit Arbeiten zur Übergangsmetall-katalysierten Synthese von Polysiloxanen trat er im Jahr 2000 als Forschungslaborleiter bei der Wacker-Chemie GmbH ein. Sein Arbeitsschwerpunkt liegt auf dem Gebiet organofunktionelle Silane und Siloxane.

Prof. Dr. Johann Weis, Jahrgang 1944, studierte Chemie an der Ludwig-Maximilians-Universität in München. 1972 promovierte er im Arbeitskreis von Prof. Dr. Wolfgang Beck über Carbonylmetallverbindungen mit heteroaromatischen Liganden. 1972 Eintritt in die Wacker-Chemie GmbH, Sparte Silicone. Bis Februar 2002 in verschiedenen Funktionen im Geschäftsbereich Silicone tätig, seit 1987 als Mitglied der Geschäftsberichtsleitung Silicone. Im März 2000 Bestellung zum Honorarprofessor für industrielle Anorganische Chemie an die Julius-Maximilians-Universität in Würzburg. Seit März 2002 ist er Leiter des Zentralbereiches Forschung & Entwicklung der Wacker-Chemie GmbH sowie Geschäftsführer des Consortiums für elektrochemische Industrie GmbH.

⁸ Der Vollständigkeit halber sei noch die Strahlungshärtung erwähnt. Hier erfolgt die Härtung durch den Einfluß von Elektronen-, Röntgen- oder Neutronenstrahlung. Die so erhaltenen Silicone sind oft durch hervorragende thermische Stabilitäten gekennzeichnet, was im allgemeinen auf die Abwesenheit von organischen Peroxid-Spaltprodukten zurückgeführt wird.

⁹ Häufig wird in der Literatur auch von LTV-Systemen („low temperature vulcanization“) gesprochen. Damit wird berücksichtigt, daß viele auf der Hydrosilylierungs-Vernetzung basierende Systeme zwischen 50 und 80 °C aushärten, also oberhalb von Raumtemperatur, aber deutlich unterhalb der Temperatur peroxidisch vernetzender Systeme.

Besondere Kalibrationsfunktionen

Dr. Volkmar Neitzel, Ruhrverband, Leiter Zentrale Aufgaben, Essen

Der größte Teil der in Laboratorien verwendeten Kalibrationsfunktionen gehört zu den linearen und nicht linearen. Sie wurden in den Teilen 1 und 2 dieser Publikation behandelt [1, 2]. Beide Typen setzen normalverteilte Werte bei Wiederholmessungen und Varianzhomogenität am oberen und unteren Ende des Arbeitsbereichs voraus. Außerdem wird angenommen, dass immer nur die Messwerte fehlerbehaftet sind, nicht jedoch die Gehaltsgrößen, die bei einer Kalibration vorgegeben werden.



Wenn zum Zweck einer Kalibration Proben bekannten Gehalts hergestellt werden, sind Ursubstanzen einzuwiegen, zu lösen, aufzufüllen und zu aliquotieren. Bei jedem Arbeitsschritt entstehen Fehler und man muss davon ausgehen, dass die vorgegebenen Gehalte nicht – wie angenommen – exakt sind.

Moderne Analysengeräte werden darauf getrimmt, wirtschaftlich zu arbeiten. Dabei ist von Vorteil, wenn sie simultan mehrere Komponenten bestimmen und das über einen möglichst großen Messbereich. Die Kehrseite der Medaille ist meist eine Inhomogenität der Varianzen und eine mögliche gegenseitige Beeinflussung verschiedener Komponenten. Auch hierfür gibt es Varianten einer Kalibration, die allerdings nicht genormt sind. Der dritte Teil dieser Publikation beschäftigt sich mit diesen besonderen Kalibrationen und weitergehenden Aspekten des Themas. Dabei werden die verschiedenen Möglichkeiten mehr veranschaulicht und bezüglich der Formalismen wird auf entsprechende Literatur verwiesen.

Die inverse Kalibration

Beim klassischen Weg einer Kalibration wird der Messwert als fehlerbehaftet angenommen, während im

Verhältnis hierzu die in den Kalibrationsproben vorgelegten Gehalte einer Komponente nahezu fehlerfrei sind. Auch wenn dies in vielen Fällen zutrifft, gibt es Untersuchungen [3, 4], in denen die Messwertfehler kleiner waren, als die der Gehaltsgrößen. Bei einer derartigen Konstellation bietet sich die inverse Kalibration zur Bestimmung von Gehaltsgrößen an.

Die von der klassischen linearen Kalibration bekannten Formalismen und Voraussetzungen lassen sich uneingeschränkt auch auf die inverse Kalibration anwenden. Als Unterschied müssen nur die Mess- und Gehaltsgröße miteinander vertauscht werden, das heißt die Messgröße ist keine Funktion des Gehalts, sondern der Gehalt steht in Abhängigkeit vom Messwert. In Abbildung 1 ist der Unterschied veranschaulicht.

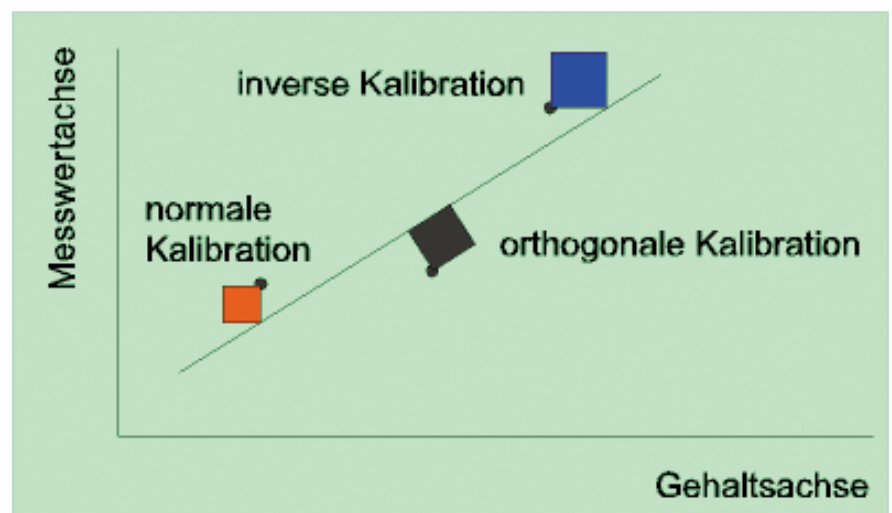
Bei der klassischen Vorgehensweise wird die Summe der Abstandsquadrate zwischen Messpunkten und Kalibrationsgerade minimiert (rotes Quadrat), wobei der senkrechte Abstand maßgebend ist. Im Fall der inversen Kalibration minimiert man die Summe der Abstandsquadrate mit waagrechttem Abstand zwischen

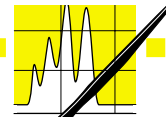
Messpunkt und Kalibrationsgerade (blaues Quadrat). Werden beide Achsen miteinander vertauscht, wechselt der waagerechte Abstand zum senkrechten und es liegt wieder der klassische Fall einer Kalibration vor (Abbildung 2). Mit der in Teil 1 dieser Publikation vorgestellten Excel-Anwendung lassen sich auch inverse Kalibrationen durchrechnen, indem Messwerte und Analysenwerte vertauscht eingegeben werden.

Die orthogonale Kalibration

Ein in der Praxis wenig verwendeter Kompromiss zwischen der klassischen und inversen Kalibration (hierzu gibt es auch keine genormte Vorgehensweise) ist die orthogonale Kalibration. In diesem Fall werden (wie bei der klassischen Vorgehensweise) die Messwerte auf der Y-Achse aufgetragen, die Analysenergebnisse auf der X-Achse. Die Minimierung der Summe aller Abweichquadrate zwischen Messpunkten und Ausgleichsgeraden erfolgt aber weder senkrecht noch waagrecht zur Gehaltsachse. Wie in Abbildung 1 dargestellt, ist der maßgebende Abstand der kürzest-

Abbildung 1: Vorgehensweise bei der normalen (klassischen), inversen und orthogonalen Kalibration





AUFSÄTZE

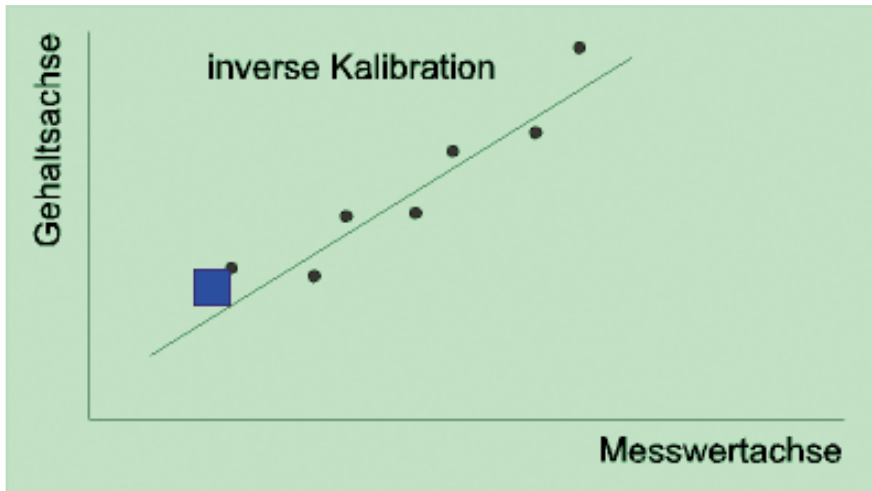


Abbildung 2:
Inverse Kalibration

mögliche zur Ausgleichsgeraden, das heißt das Lot vom Messpunkt zur Geraden.

Die orthogonale Regression [5] geht davon aus, dass sowohl die Messwerte, als auch die Gehaltsgröße fehlerbehaftet sind, was der Realität sehr nahe kommt. Ob die klassische, orthogonale oder inverse Vorgehensweise die jeweils beste ist, hängt davon ab, in welchem Verhältnis die Fehler der beiden Größen zueinander stehen, um die es bei der Kalibration geht. Sind die Fehler der Gehaltsgröße deutlich kleiner als die der Messgröße, empfiehlt sich die klassische Kalibration. Sind beide Fehler vergleichbar, bietet sich die orthogonale Variante an. Bei größeren Fehlern in der Gehaltsgröße ist die inverse Kalibration die beste Vorgehensweise.

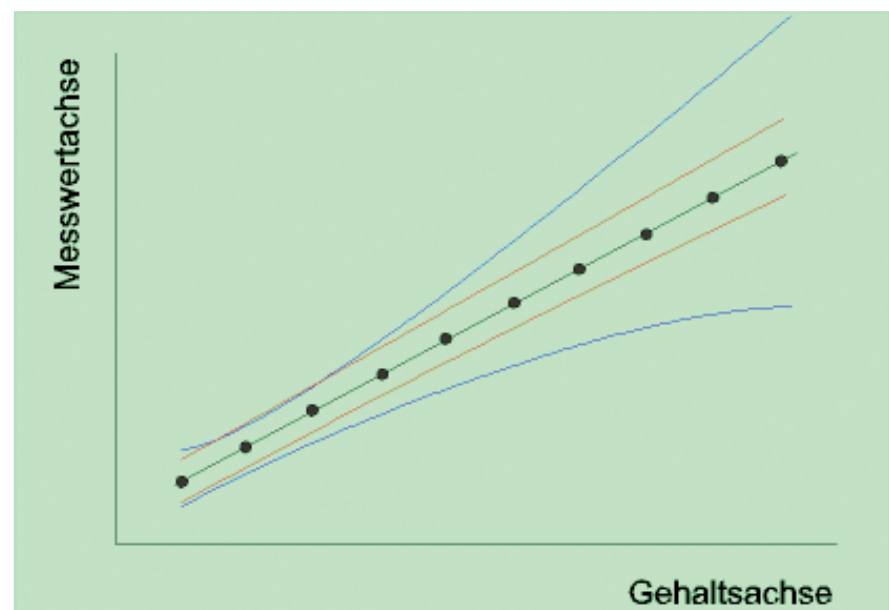
■ Die gewichtete Kalibration

Ein wohl häufig in der Praxis vorkommender Fall ist der, dass die Streuung der Messwerte zu größeren Werten hin immer weiter zunimmt. Man kann hier fast vom Normalfall sprechen. Wird der Arbeitsbereich genügend weit eingeeignet und so das von der Statistik (mit entsprechender Irrtumswahrscheinlichkeit) gerade noch akzeptierte Ausmaß größerer Varianz am oberen Ende des Arbeitsbereichs ausgeschöpft, kann die klassische lineare Kalibration angewandt werden. Bedauerlich ist nur, dass der Zusammenhang zwischen Messwerten und Analysenergebnissen oft über einen zum Teil mehrere Zehnerpoten-

zen umfassenden Bereich linear verläuft, die lineare Kalibration aber wegen der inhomogenen Varianzen nicht verwendet werden darf. Ein Ausweg aus diesem Dilemma ist die gewichtete Kalibration [4, 6, 7].

In Abbildung 3 sind die klassische und die gewichtete lineare Kalibration gegenübergestellt. Zur praktischen Durchführung ist jeder Kalibrationspunkt mehrfach zu messen, um eine Information über die Wertestreuung (als Standardabweichung s_{yi}) zu erhalten. Die für die Kalibration zu verwendenden Datenpunkte sind die Mittelwerte der Mehrfachmessungen. Diese gehen auch in die Kalibration

Abbildung 3:
Lineare Kalibration mit gewichtetem (rot) und ungewichtetem (blau) Prognoseintervall



mit ein. Zur Berechnung der weiteren Größen wie Ordinatenabschnitt, Steigung, Reststandardabweichung, Verfahrensstandardabweichung und Prognoseintervall sind die jeweils in die Formeln einzusetzenden Messwerte und Gehalte mit einem Faktor w_i zu wichten. Dieser ergibt sich zu:

$$w_i = \frac{\frac{1}{s_{yi}^2}}{\frac{1}{m} \sum \frac{1}{s_{yi}^2}}$$

Hierin ist s_{yi} die Standardabweichung an der Stelle i und m die Anzahl der Kalibrierpunkte.

Die gewichtete Regression ist ein geeignetes Rechenverfahren für die Kalibrationsfunktion. Erst sie ermöglicht es, die Formalismen der linearen Kalibration anwenden zu dürfen. Die Funktion ist weniger anfällig gegenüber geringen Abweichungen, sie verhält sich robust. Dieser Vorteil erweist sich aber als Nachteil, wenn Ausreißerwerte vorliegen. Durch die

Wichtigkeit kommen sie weniger stark zur Geltung. Daher ist es in jedem Fall zu empfehlen, die Daten grafisch darzustellen und mit dem Auge und der Erfahrung des Analytikers die Güte der Kalibration zu beurteilen.

■ Die Mehrkomponenten-Kalibration

Spektrometrische oder chromatographische Verfahren ermöglichen es, bei einem Messlauf mehrere Komponenten zu bestimmen. Dabei kann es vorkommen, dass die Signale völlig unabhängig voneinander (getrennt) auftreten (Abbildung 4 oben) oder sich gegenseitig überlappen (Abbildung 4 Mitte teilweise, Abbildung 4 unten vollständig). Bei vollständig getrennten Komponenten kann jede für sich und unabhängig von den anderen nach den bekannten Verfahren kalibriert werden.

Für den mittleren Fall der Abbildung 4, der häufig in der Praxis vorkommt, kann mit der multiplen linearen Kalibration gearbeitet werden, wenn sich die Komponentensignale additiv verhalten und eindeutig zuordenbare Maxima aufweisen. Für n Komponenten benötigt man n Spektren oder Chromatogramme wechselnder Zusammensetzung, die aber nicht durch Verdünnung von Stamm Lösungen entstanden sein dürfen. Auf diese Weise entstehen n Signale, die jeweils aus n Anteilen verschiedener Komponenten zusammengesetzt sind.

$$Y_i = \sum_{j=1}^n a_j \cdot X_j + e_i$$

In dem Gleichungssystem ist a_j der Anteil einer Komponente X_j und e_i der Restfehler. Eine Signalüberlappung wie in Abbildung 4 unten dargestellt, ist analytisch ungünstig. Das Gleichungssystem wird durch die Korrelationen zwischen den Komponenten instabil und kann nicht verwendet werden. Hierfür ist auf die multivariate Kalibration zurückzugreifen.

■ Die multivariate Kalibration

Der klassische Fall der Kalibration ist univariat, das heißt hier hängt ein Messwert vom Gehalt einer Komponente ab. In der Praxis kommt es vor, dass die Intensität eines Signals von

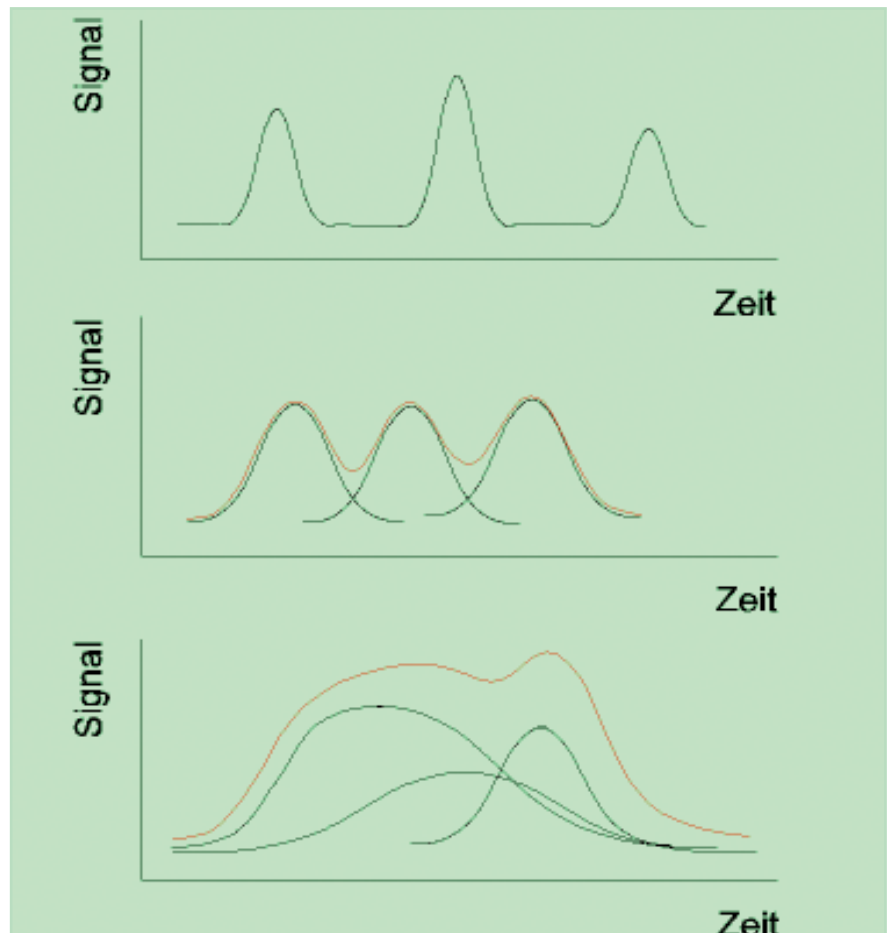


Abbildung 4: Mehrkomponentenanalysen mit unterschiedlicher Signalüberlappung

mehreren Komponenten beeinflusst wird. Daraus resultieren komplexe Zusammenhänge, die mit Hilfe verschiedener Modelle quantifiziert werden können. Der mathematische Aufwand und die notwendigen Kenntnisse hierfür sind nicht unerheblich [8].

Es gibt – wie bei der univariaten Kalibration – klassische und inverse Vorgehensweisen. In jedem Fall bedarf es eines Modells, das möglichst mittels Testdatensätzen validiert werden sollte. Wenn, wie in Abbildung 4 unten dargestellt, drei Komponenten vorliegen und eine spektrometrische Analyse durchzuführen ist, werden mehrere Spektren aufgenommen und pro Spektrum die Intensitäten bei vielen verschiedenen Wellenlängen ermittelt. Hieraus ergeben sich verknüpfte Wertematrizen, die Basis des Kalibrationsmodells sind. In der Spektrometrie kommen derartige Fälle häufiger vor.

■ Weitere Aspekte

Es gibt Zusammenhänge zwischen Größen, die nicht linear sind, sich aber mit Hilfe einer Transformation in eine lineare Form überführen lassen. In einem solchen Fall lässt sich die klassische lineare Kalibration anwenden. Dabei muss aber beachtet werden, dass die Voraussetzungen nicht für die Größen selbst, sondern für deren transformierte Form gelten müssen. In der klassischen Form gilt:

$$\text{Messwert} = \text{Steigung} \cdot \text{Analyseergebnis} + \text{Ordinatenabschnitt}$$

$$(Y = a \cdot X + b)$$

Nach einer geeigneten Transformation könnte beispielsweise gelten:

$$\text{Log } Y = a \cdot X + b$$

$$Y = a \cdot \text{Log } X + b$$

$$\text{Log } Y = a \cdot \text{Log } X + b$$

$$1 / Y = a \cdot X + b$$

$$1 / Y = a \cdot 1 / X + b$$

Es handelt sich immer um lineare Funktionen zwischen transformierten Größen. Sofern die Kalibration voll-

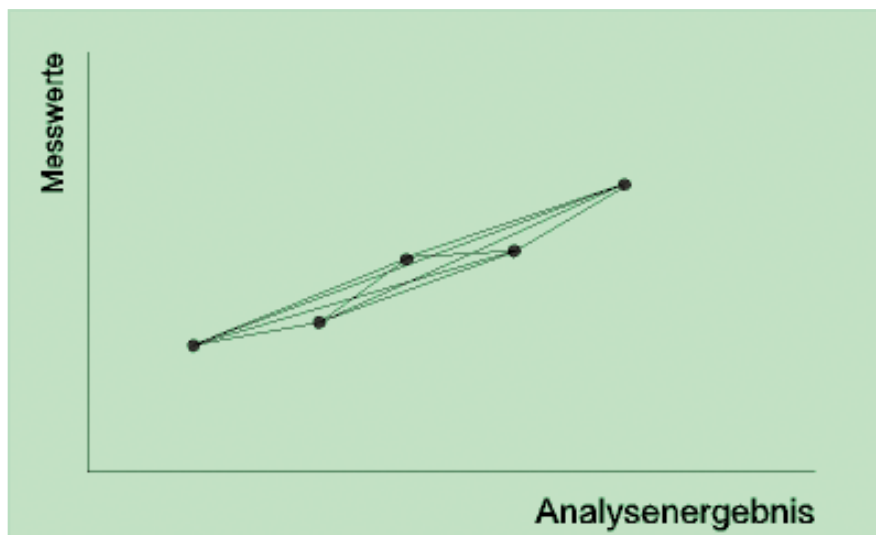
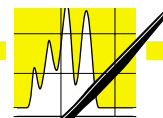


Abbildung 5:
Robuste Kalibration

zogen ist und mit den transformierten Größen gearbeitet wird, sind die Ergebnisse entsprechend zurück zu verwandeln.

Eine neuere Entwicklung in der Kalibration, vor allem seit es entsprechende Rechnerprogramme gibt, ist der Einsatz künstlicher neuronaler Netze. Es handelt sich um idealisierte Modelle, die den biologischen Nervensystemen nachgebildet sind. Die kleinsten Einheiten neuronaler Netze sind Neuronen, die sich am Eingang, Ausgang und im Inneren des Netzes befinden. Sie nehmen Signale auf, die anregend oder dämpfend wirken können, und geben sie abhängig vom aktuellen Aktivierungszustand weiter oder nicht.

Im Rahmen einer Lernphase vermag ein neuronales Netz seine innere Struktur so zu formieren, dass aus Inputdaten eine vorgegebene Kalibrationsfunktion als Output erzeugt wird [9]. Anschließend ist es möglich, auf der Basis des „Erlernen“ zu experimentellen Kalibrierdaten die zugehörige Kalibrationsfunktion zu bestimmen. Voraussetzung dafür ist die prinzipielle Gleichheit der Gegebenheiten in der Trainings- und der Anwendungsphase. Wenn ein neuronales Netz gelernt hat, lineare Funktionen an Daten anzupassen, ist es wenig geeignet, nicht lineare Zusammenhänge nachzubilden.

Eine Voraussetzung für die Anwendung der genormten Kalibrations-

verfahren ist, dass die Werte von Wiederholmessungen an jedem Kalibrationspunkt normalverteilt sein müssen. Trifft dies nicht zu, kann man sich mit der robusten Regression zum Zweck einer Kalibration helfen. In diesem Fall wird – wie in Abbildung 5 dargestellt – jeder Kalibrationspunkt mit jedem anderen verbunden und die jeweilige Steigung berechnet. Sortiert man anschließend die Steigungen der Größe nach, so ist die resultierende robuste Steigung die Mitte der sortierten Folge, die man auch als Median bezeichnet. In ähnlicher Weise geht man zur Berechnung des robusten Ordinatenabschnitts vor. Durch jeden Datenpunkt wird eine Gerade mit der zuvor berechneten mittleren Steigung gelegt und so entsprechend viele Ordinatenabschnitte erhalten. Werden diese wieder der Größe nach sortiert, ist der mittlere Wert der Folge der robuste Ordinatenabschnitt.

Literatur

- [1] Neitzel, V.: Die Kalibration von Analyseverfahren, Teil 1: Lineare Kalibrationsfunktionen. CLB 01/2000
- [2] Neitzel, V.: Die Kalibration von Analyseverfahren, Teil 2: Nicht lineare Kalibrationsfunktionen. CLB 02/2000
- [3] Tellinghuisen, J.: Inverse vs. Classical calibration for small data sets. *Fresenius J Anal Chem* (2000) 368, 585-588
- [4] Danzer, K., Hobert, H., Fischbacher, C. und Jagemann, K.-U.: *Chemometrik*. Berlin: Springer, 2001
- [5] Danzer, K., Wagner, M. und Fischbacher, C.: Calibration by orthogonal and common least squares – Theoretical and practical aspects. *Fresenius J Anal Chem* (1995) 352, 407-412

- [6] Schömer, S.: Die gewichtete Regression zur Validierung. *GIT Laborfachzeitschrift* (9/2000) 1043-1046
- [7] Einax, J., Bremser, W. und Machelett, B.: Inverse-variance weighted regression with uncertainty in both variables for the quantitative description of traffic-emitted lead transfer into plants. *Fresenius J Anal Chem* (1999) 364, 673-677
- [8] Bauer, G., Wegscheider, W. und Ortner, H.: Limits of detection in multivariate calibration. *Fresenius J Anal Chem* (1991) 340, 135-139
- [9] Sun, G., Chen, X., Li, Q., Wang, H., Zhou, Y. und Hu, Z.: Evaluation of nonlinear modeling based on artificial neural networks for the spectrophotometric determination of Pd(II) with CPA-mK. *Fresenius J Anal Chem* (2000) 367, 215-219

Kontakt:

Dr. Volkmar Neitzel, Ruhrverband
Kronprinzenstr. 37, D-45128 Essen
Tel.: 0201/1782753
E-Mail: vne@ruhrverband.de



Der Autor:

Dr. Volkmar Neitzel studierte Chemie an der GH/UNI Essen und ist seit 1984 als Mitarbeiter beim Ruhrverband in Essen beschäftigt, derzeit als Bereichsleiter für zentrale Aufgaben. Er ist Autor und Mitautor mehrerer Fachbücher zur Labordatenverarbeitung, zur Qualitätssicherung in der Analytik und zur Technik der Behandlung und Kontrolle von Abwasser. Seit rund zehn Jahren fungiert er als Lehrbeauftragter an der Technischen Fachhochschule Agricola in Bochum für Umweltchemie und Wassertechnologie.

Iod-Recycling

Prof. Dr. Wolfgang Hasenpusch, Hanau

Iod gehört zu den selteneren Elementen auf der Erde. Entsprechend hoch ist der Preis. Die jährliche Produktion aus Salzlagerstätten liegt bei 15.000 Tonnen. Für den Menschen gehört Iod zu den essenziellen Spurenelementen, in höheren Konzentrationen ist es jedoch gesundheitsschädlich. Der überwiegende Teil des Iods findet in Form von Verbindungen Einsatz in der Pharma- und Sanitärindustrie sowie zur Herstellung von Fo- toemulsionen, Farben, Katalysatoren und Nahrungsmitteln. Toxizität sowie der hohe Preis des Iods und seiner Verbindungen zwingen nicht erst seit Inkrafttreten des Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetzes 1998 zur Rückgewinnung, wenn immer sich eine Möglichkeit bietet. Der übliche Weg verläuft über die Reduktion des Iodats(V) mit Schwefeldioxid zum Iodid und anschließender Synproportionierung von Iodid und Iodat zum Iod.



Iod zählt zu den Halogenen, ist jedoch weniger aggressiv als Fluor, Chlor und Brom. Dennoch vermag es sogar Gold anzugreifen und, wie in Scheidereiverfahren genutzt, aufzulösen. Mit einem Molekulargewicht von 127 haben die schwarzen Kristalle eine Dichte von $4,93 \text{ g/cm}^3$ bei 20°C . Die Dichte sinkt leicht linear bis zum Schmelzpunkt von $113,6^\circ\text{C}$, um dort einen Satz von $4,80$ auf $4,00 \text{ g/cm}^3$ zu machen. Bis 180°C fällt die Dichte dann weiter linear auf $3,74 \text{ g/cm}^3$.

Schon bei Raumtemperatur hat Iod einen merklichen, am Geruch zu erkennenden Dampfdruck von $0,2 \text{ mm Hg}$ (25°C). Der dekadische Logarithmus des Iod-Dampfdrucks steigt zunächst linear auf der Geraden $\lg p = f(T)$ an, die beim Schmelzpunkt von ca. 114°C den Atmosphärendruck erreicht. Ab 50°C weicht der tempera-

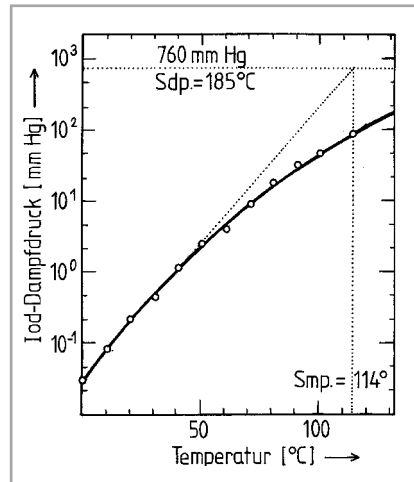


Abb. 1: Dampfdruck-Kurve des Iods

turabhängige Dampfdruck jedoch von dieser Geraden ab, kommt bei 100°C auf 100 mm Hg um sich bei höheren Temperaturen asymptotisch bis zum Siedepunkt bei 185°C dem Atmosphärendruck von 760 mm Hg zu nähern (Abb. 1).

Die Löslichkeit des Iods erfolgt in sehr unterschiedlichem Maße: während es sich in allen Sauerstoffatome enthaltenden Lösungsmitteln mit brauner Farbe in unterschiedlichem Maße löst, fallen die Lösungen sauerstoff-freier Lösungsmittel, wie Dichlormethan, Schwefelkohlenstoff oder Toluol durch ihre schöne Rotviolett-Färbung auf. Besonders hoch liegen die Löslichkeiten von Iod in $[\text{g/kg}]$ bei 25°C in Ethylether: 337 , Ethanol: 271 und p-Dimethylbenzol: 198 . Sehr niedrig fällt sie bei i-Octan: 13 , Glycerin: 10 und Wasser: $0,34$ aus. Die geringe Löslichkeit des Iods in Wasser hat bei der Extraktion von Iod aus wässrigen Lösungen mit organischen Lösungen eine große Bedeutung. Die Temperatur hat besonders ab 50°C einen hohen Einfluß auf die Wasserlöslichkeit des Iods (Abb. 2). Aber bereits der Löslichkeitsunterschied zwischen 20 und 25°C mit $0,29$

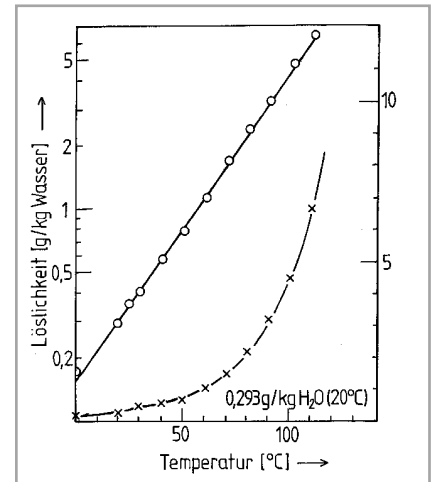


Abb. 2: Löslichkeit von Iod in Wasser bei verschiedenen Temperaturen, logarithmisch und dezimal

und $0,34 \text{ g/kg}$ Wasser, entsprechend etwa 15% , ist beachtlich. Bei 0°C sinkt die Löslichkeit gar um weitere 50% , auf $0,162 \text{ [g/kg]}$.

Im Vergleich zum Iod liegt die Löslichkeit der Alkali-Iodide, -Iodate und -Periodate in Wasser deutlich höher (Abb. 3). Dabei ist Lithium-iodid mit ca. 115 [g/kg] am besten und Kalium- sowie Rubidium-periodat mit etwa 6 [g/kg] bei 20°C am schwächsten löslich. Auffällige Linearität zwischen dem Logarithmus der Löslichkeit und dem Molekulargewicht ist bei den tetraalkylsubstituierten Ammoniumhalogeniden zu beobachten (Abb. 4): Während sich die Chloride der Tetraalkylammonium-Kationen durchweg bei 100 [g/l] in Wasser bei RT lösen, fällt die Löslichkeit der Bromide und noch stärker die der Iodide linear ab.

Da Iod als Gefahrstoff unter die Regelungen des Chemikaliengesetzes fällt, sind entsprechend Datenblatt und Betriebsanweisung zu erstellen. Bei den Schutz- und Erste-Hilfe-Maßnahmen sowie der Abfallbehandlung und -Entsorgung sind die örtlichen Gegebenheiten zu berücksichtigen. In Abb. 5 wird skizzenhaft eine Betriebsanweisung gemäß §20 der Gefahr-

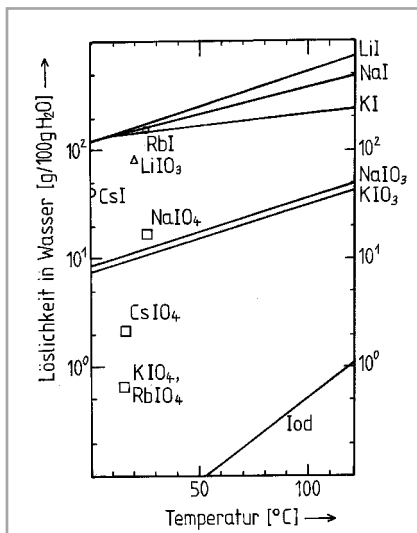
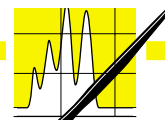


Abb. 3:
Löslichkeit anorganischer Iod-Verbindungen in Wasser bei verschiedenen Temperaturen

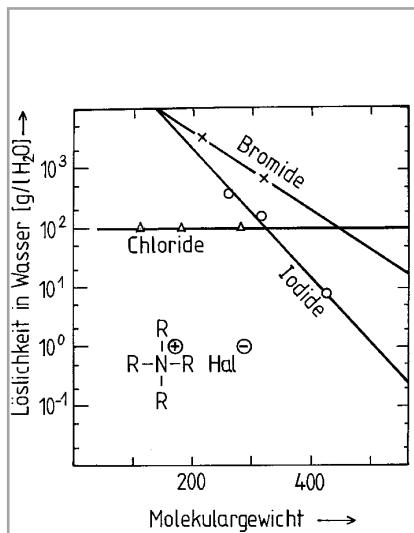


Abb. 4:
Löslichkeit der Tetra-n-alkylammonium-halogenide in Wasser

stoffverordnung für Iod dargestellt. Besonders die für die Abfallwirtschaft in Betrieben und Laboratorien Verantwortlichen dürfen die explosiven Eigenschaften von Mischungen mit Iod nicht verkennen!

Sehr heftige Reaktionen sind in Mischungen mit Ammoniak und Ammoniumsalzen unter Bildung des explosi-

ven Stickstofftriiodids bekannt. Doch auch andere Reduktionsmittel, wie beispielsweise Leichtmetalle, Acetylen und seine Verbindungen, Hydride und Ethanol, führen zu plötzlichen exothermen Umsetzungen. Gleiches gilt auch für Oxide von Cäsium und Quecksilber [2].

■ Verwendung des Iods und seiner Verbindungen

Der größte Teil des Iods geht in die Pharma- und Sanitärindustrie: vor allem in Form desinfizierender Zubereitungen. 1916 kamen die ersten Iod-Tinkturen auf den Markt, bestehend aus einer Lösung von elementarem Iod und Iodoform, CHI₃ [1]. Weitere Anwendungen liegen in der Herz-, Rheuma-, radiologischen- und diagnostischen Medizin. In der Tierernährung und als Nahrungsergänzungstoff empfiehlt die Weltgesundheitsorganisation WHO eine tägliche Iod-Aufnahme von insgesamt zwei bis drei Mikrogramm je Kilo Körpergewicht.

Seit etwa 1940 verwenden Hersteller lichtempfindlicher Emulsionen das Iod in Form der Silberiodide. Für eine schnellere Entwicklung und höhere Kontraste wird auch Triphenylphosphonium-iodid verwendet. Insgesamt gehen jährlich bis zu 300 t Iod in die Foto-Industrie. In der Katalyse wird das Jod am meisten, zu ca. 75 %, bei der stereoselektiven Polymerisation von Butadien und Isopren in der Gummi-Industrie gebraucht.

Weitere Anwendungen liegen als Desinfektionmittel in der Trinkwasser- und Schwimmbad-Aufbereitung. Herbizide und Insektizide enthalten ebenfalls in geringen Mengen chemisch gebundenes Iod [2].

Von dem jährlichen Gesamtbedarf von rund 15.000 t, wie er 1992 erhoben wurde, gehen in

Pharmazie	35 %
Anorganische Salze	30 %
Sanitäre Bereiche	15 %
Organische Verbindungen	12 %
Agrar-Chemie	5 %
Katalysatoren	3 %

■ Iod-Vorkommen

Iod ist in der Natur weit verbreitet: zu 0,05 [g/t] im Meerwasser, spurenmäßig in Mineralen, Böden und Pflan-

Abb. 5:
Betriebsanweisung für Iod (Entwurf)

Betriebsanweisung gem. §20 GefStoffV		Nr. 1
Betrieb:	Arbeitsbereich:	
Gefahrstoffbezeichnung: I O D, I₂		
Gefahren für Mensch und Umwelt: Bei RT verflüchtigende Kristalle; Dämpfe von charakteristischem Geruch: führen zu Entzündungen der Nasen- und Augenschleimhäute („Jod-Schnupfen“). MAK: 1 ml/m ₃ bzw. 1,1 mg/m ₃ (LD _{50, oral Ratte} : 14.000 mg/kg) Xn, N ; WGK 1 R 20/21 - 50 S 23.2 - 25 - 61		
Verhalten im Gefahrfall:		
Erste Hilfe:		
Sachgerechte Entsorgung: Eintragen in Natrium-thiosulfat-Lösung; mit Salzsäure auf pH = 6 - 8 einstellen !		
Sonstiges:		
Datum:	Unterschrift:	

Abb. 6:
Kostenmatrix für Iod

	I ₂	NaI	NaIO ₃	NaIO ₄	KI	KIO ₃	KIO ₄
M	254	150	198	214	166	214	230
Iod-Gehalt [%]	100	85	64	59	76	60	55
Preis [€/kg] Qualität: reinst	118	80	-	94	65	91	-
[€/kg Iod]	118	95	-	159	84	154	-

Daten aus dem Laborkatalog Merck, 2001; Zahlenangaben nachträglich gerundet !

zen. Aufgrund der hohen Reaktivität kommt es, abgesehen von einigen Quellbrunnen, nur in gebundener, zu meist organischer Form vor.

Anreicherungen von Iod beobachtet man in Meeresalgen, Schwämmen und Korallen, die bis über 0,1% ausmachen können. 1.000 kg Blasentang enthalten etwa 1 kg Iod:

Bei der Lufttrocknung des Tangs schwinden 25 % des Gewichtes, weitere 25 % bei der Veraschung, so daß die Asche Iod-Gehalte um 1,0 - 1,5 % aufweist. Den höchsten Iod-Gehalt fand man mit 0,45 % in getrockneten Braunalgen.

Die größten Iod-Vorkommen liegen in Chile. Sie werden auf über 5 Mio t geschätzt. Die Iodate der Salpeter erreichen Iod-Konzentrationen um 0,1 %, die Mutterlaugen aus der Salpeter-Gewinnung 5 bis 10 [g/l].

1992 wurde die Weltproduktion auf etwa 15.000 t beziffert. Die westliche Welt produzierte 13.500 t. Aus den USSR-Folgestaaten sind nur vage Schätzungen zugänglich [2]:

- Chile 6.000 t
- Japan 6.000 t
- USA 1.500 t
- USSR-Folgestaaten 1.500 t

Noch 1955 betrug die Weltproduktion von Iod nur 2.000 t, wovon zwei Drittel aus dem Chilesalpeter stammte. Zwischen 1982 und 1986 steigerten sich die Rohiod-Mengen nur unwesentlich von 12.250 auf 12.850 t [1].

■ Preise für Iod und seine Verbindungen

Mit den Preisen sind naturgemäß auch verschiedene Qualitäten verknüpft: Während sich das Handelsiod mit einer Reinheit von 99,8 % begnügt und für Preise von 10 bis 20 zu haben ist, verlangt die Merck KGaA, Darmstadt, für die doppelsublimierte Spezifikation bereits ein Mehrfaches [3].

Für die Verwendung kleinerer und größerer Mengen an Iod empfiehlt sich, einen Überblick zu verschaffen, in welcher Verbindung das Iod am preiswertesten zu beziehen ist. Aus einer derartigen Kostenmatrix, in Abb. 6 beispielsweise mit den vergleichbaren Qualitäten aus dem „Laborkatalog Merck“ erstellt, ergibt sich mit 84 der günstigste Kilopreis für Kaliumiodid mit einem Iod-Gehalt von 76 %.

Beim Kaliumiodid-Preis sind Qualitäten und Abnahmemengen unter Berücksichtigung der Lagerstabilität entscheidend: so sinkt der Kilopreis der p.a.-Ware von 158 auf 66 bei Abnahme von 50 statt 1 kg (Abb. 7).

Abb. 7:
Kilo-Preise von Kaliumiodid in Abhängigkeit der Abnahmemenge von der Merck KGaA

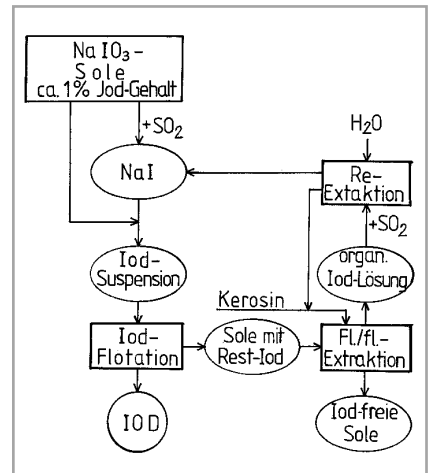
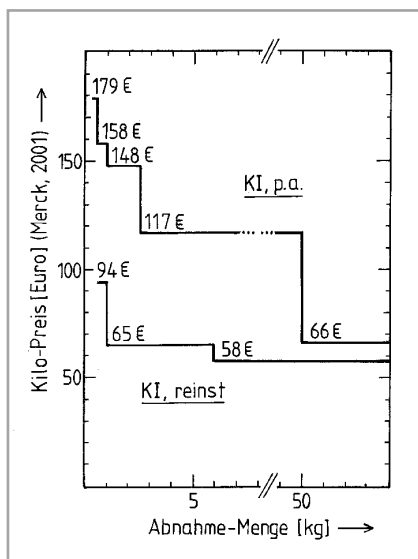


Abb. 8:
Iod-Gewinnung aus Chile-Salpeter-Sole

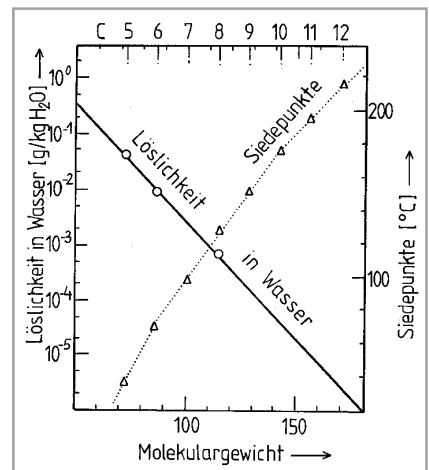


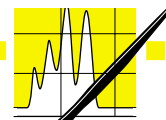
Abb. 9:
Siedepunkte und Löslichkeit der n-Alkane in Wasser bei RT

■ Aufarbeitung und Recycling von Iod

Die erste Gewinnung von Iod erfolgte 1852 aus den Mutterlaugen der Chilesalpeter-Kristallisation. Die Iod-Gewinnung aus Meeresalgen begann 1817 und endete 1959.

1811 hatte der französische Seifensieder Courtois das Iod in einer Soda entdeckt, die aus der Asche von Strandpflanzen gewonnen wurde [4].

Neben den klassischen Gewinnungsmethoden über die Iodat-Reduktion mit anschließender Synproportionierung, Flüssig/flüssig-Extraktion, Chlor-Oxidation und dem Ionenaustausch soll auch eine Fällmethode mit stabilen Ammonium-Kationen vorgestellt werden.



AUFSÄTZE

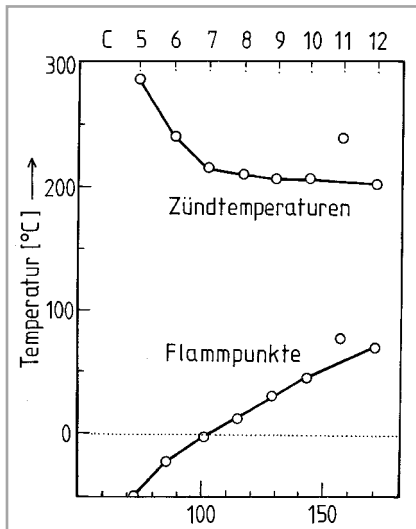
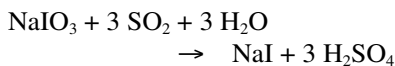


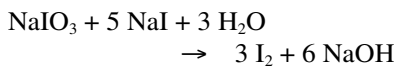
Abb. 10:
Zündtemperaturen und
Flammpunkte der n-Alkane

■ Reduktion und Synproportionierung

Salzlaugen mit Iod-Gehalten um 1,5 [g/l] in Form des Natriumiodats(V) werden in Adsorptionstürmen mit Schwefeldioxid behandelt, wobei das Iodat zum Iodid reduziert wird:



Das Iodid reagiert mit weiterem Iodat zum elementarem Iod:



Bis zu 0,4 [g/l] Iod verbleiben durch die Löslichkeit in der Lauge, der Rest fällt mikrokristallin aus. Er wird mit Tensiden an die Oberfläche flотиert. Aus dem unter Druck auf 120°C erhitzten Schaum, scheidet sich die Iod-Schmelze ab.

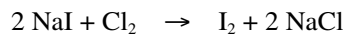
Über eine Extraktion mit Benzin ist auch die in der Sole verbleibende Iod-Menge zurückgewinnbar. Abb. 8 zeigt das grobe Verfahrensfliessbild dieses klassischen Iod-Gewinnungsprozesses aus Salpeterlaugen. Als Variante verzichtet man auf die Flotation und extrahiert das reduzierte Iod direkt mit Benzin aus der Sole. Bei der Wahl der Extraktionsflüssigkeit sind Löslichkeit in Wasser, Siedebereich, Löslichkeit von Iod und aus Sicherheitsgründen auch der Flammpunkt und die Zündtemperatur von Bedeutung.

Abb. 9 zeigt für die Reihe der n-Alkane, daß mit steigendem Molekular-

gewicht auch der Logarithmus der Siedepunkte linear steigt, während die Löslichkeit in Wasser, und damit auch Umweltbelastungen und Iod-Verluste, deutlich abnehmen. Ebenso nehmen mit dem Molekulargewicht die Flammpunkte der n-Alkane deutlich zu, während die Zündtemperaturen um 200°C relativ konstant bleiben (Abb. 10). Da die Iod-Löslichkeit jedoch in reinen Alkanen relativ schlecht ist, beispielsweise in n-Hexan 13 und n-Heptan 17 [g/kg] bei 25°C, bevorzugt man aromatenreichere Benzinfractionen. Toluol und p-Xylol weisen mit 183 und 198 [g/kg] schon deutlich bessere Iod-Löslichkeiten auf.

■ Iodid-Oxidation mit Chlor

Zwei Drittel der Weltproduktion stammen heute aus Salzlaugen, die bei der Erdöl- und Erdgasförderung als Nebenprodukt anfallen. Sie enthalten etwa 0,01 % an Iod in Form der Iodide. Mit Chlor lassen sich die Iodide direkt zum elementaren Iod oxidieren:

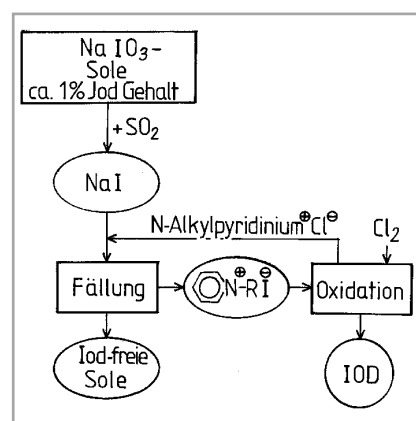


Das Iod wird mit heißer Luft ausgetrieben, in schwefelsaurer Lösung mit Schwefeldioxid zum Iodid reduziert und abermals mit Chlor zum Iod oxidiert. Statt des Chlors wurde in Japan und USSR auch Nitrit für sehr arme Iodid-Lösungen mit anschließender Adsorption des Iods an Aktivkohle. Die Desorption erfolgte mit heißer Natronlauge.

■ Ionenaustausch

Als ein neueres Verfahren wird die Iod-Gewinnung mittels Ionenaustausch

Abb. 11:
Iod-Gewinnung durch selektive Fällung



tausch von Polyiodiden beschrieben [2]. Dieser Prozeß geht auf ein amerikanisches Patent aus dem Jahre 1939 zurück. Die erste Anlage nahm 1963 in Japan ihren Betrieb auf. Weitere Anlagen mit Ionenaustauschern folgten in Japan.

Nach der Oxidation aus Iodid-Laugen freigesetztes Iod läßt sich als Polyiodid-Anion auf Anionenaustauschern vom Typ Amberlite IRA-400 anreichern. Der Ionenaustauscher enthält substituierte Ammonium-Gruppen als aktive Zentren.

Das gesättigte Harz wechselt in einen Desorptionsturm, wo das Iod mit Natronlauge, gefolgt von Kochsalz-Lösung eluiert wird. Aus dem angereicherten Eluat wird das Iod durch Ansäuern ausgefällt, zentrifugiert und über Sublimation gereinigt.

■ Fällung mit Ammoniumionen

Analog zu dem Ionenaustauschprozess funktioniert die direkte selektive Fällung des Iodids mit großen Ammo-

Abb. 12:
Betriebsanweisung für N-Dodecylpyridiniumchlorid (Entwurf)

Betriebsanweisung gem. §20 GefStoffV		Nr. 2
Betrieb:	Arbeitsbereich:	
Gefahrstoffbezeichnung: N-Dodecylpyridinium-chlorid		
Gefahren für Mensch und Umwelt: gesundheitsschädlich, reizend. MAK: -, (LD ₅₀ oral Rate: 203 mg/kg) (LD ₅₀ dermal Rate: 1.684 mg/kg)		
Xn : WGK 3	R 21/ 22 - 36/ 38 S 36/ 37	
Verhalten im Gefahrenfall:		
Erste Hilfe:		
Sachgerechte Entsorgung:		
Sonstiges: Schmelzpunkt = 155°C (Z.), L = 600 g/l (20°C) Merkblatt BG Chemie Nr. M 004, M 050		
Datum:	Unterschrift:	

niumkationen. Untersuchungen hatten ergeben, daß besonders die Alkylpyridinium-Kationen mit Alkylresten ab Dodecyl eine derart quantitative Iodid-Fällung gewährleisten, dass in dem Filtrat kein Iodid mehr argentometrisch und potentiometrisch nachweisbar ist. Dadurch ist auch die Fällung ohne Reagenzüberschuß möglich [5].

Mit Chlorwasser wird das Iodid in das Element überführt. Aus dem Filtrat steht das Fällreagenz wieder für weitere Operationen zur Verfügung. Abb. 11 beschreibt den Kreisprozeß schematisch.

Aus Fotolösungen, die neben dem Iodid in Konzentrationen um 2 [g/l] auch die anderen Halogenide im Überschuß enthalten, konnte auf diese Weise das Iod zurückgewonnen werden, um in der Präparate-Fertigung erneuten Einsatz zu finden.

Bei den Alkylpyridinium-Verbindungen handelt es sich um gesundheitsschädliche und reizende Gefahrstoffe nach der entsprechenden Verordnung des Chemikaliengesetzes. Den Entwurf für die Betriebsanweisung gemäß §20 der Gefahrstoffverordnung im Umgang mit N-Dodecylpyridinium-chlorid gibt Abb. 12 wieder.

Deutlich gefährlicher ist das Cetylpyridinium-chlorid (Hexadecylpyridinium-chlorid). Es ist sehr giftig, reizend und umweltgefährlich. Beim Umgang mit diesem Fällreagenz ist besondere Vorsicht walten zu lassen. Eine Beschränkung des Chemikalien-Einsatzes im Labor-Maßstab ist angeraten.

■ Zusammenfassung

Iod und seine Verbindungen kommen weit verbreitet, aber nur in sehr geringen Konzentrationen vor. Die feste Erdkruste enthält das Iod nur zu etwa drei Zehnmillionstel. Im Meerwasser sind etwa 0,05 [g/t] enthalten, abhängig vom Gesamtsalzgehalt. In Chilesalpeter-Mutterlaugen liegt das Iod mit über 1 [g/l] bereits erheblich angereichert vor. Bei der Erdöl- und Gas-Raffination fällt das Iod bereits als eines der Nebenprodukte an. Dennoch liegt die jährliche Weltproduktionsmenge mit 15.000 t deutlich hinter der des Silbers. Der Iodpreis steht je-

doch noch weit im Schatten des Silberpreises. An ein Recycling sollte dennoch gedacht werden. Denn wo immer Iod, Iodide, Iodate, wie auch organische Iod-Verbindungen gebraucht werden, ist das Iod aus den Restlösungen nach einer Reihe von gut handhabbaren Methoden zurückzugewinnen, um es erneut in Kreisläufe einfließen zu lassen.

Literatur:

- [1]Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry, VCH, Weinheim (1989)
- [2]Kirk-Othmer, Encyclopedia of chemical technology, Wiley, New York (1995)
- [3]„Der Laborkatalog Merck“, Merck KGaA, Darmstadt (2001)
- [4]Römpp Chemielexikon, Thieme, Stuttgart (1990)
- [5]Hasenpusch, W., Degussa AG, DE 197 45 106 C1 (1997)



Der Autor:

Prof. Dr. Wolfgang Hasenpusch ist Referent im Zentralen Umweltschutz bei der Degussa AG und Honorarprofessor an der Universität Siegen. Er hält über 50 Patente. Als langjährigen CLB-Autor schätzen die Leser ihn auch wegen seiner themenübergreifenden Artikel, die auf seine weiteren vielseitigen Interessen hindeuten: Er ist Karikaturist, Tauchlehrer und Langstreckenläufer.

TERMINE

AAS, ICP-OES ICP-MS

Roadshow Thermo Elemental
Berlin, Hamburg, Düsseldorf
16. - 18 April 2002
Tel.: 06102 3671200

Infrarot-Gasanalytik

Seminar, Thermo Nicolet GmbH,
Werner-Heisenbergstr. 2, 63263
Neu-Isenburg, 9. April 2002
Tel.: 06102 3671200

Impact of Molecular Medicine on Drug Development

53. Moosbacher Kolloquium
Gesellschaft für Biochemie und
Molekularbiologie e.V., Kenne-
dyallee 70, D-60596 Frank-
furt/Main, 05. bis 07. April 2002
Tel. 069/3054643

Anglo/German

Inorganic Chemistry Meeting

Universität München, Institut
für Anorganische Chemie, Bu-
tenandtstr. 5-13, 81377 Mün-
chen, 07. - 10. April 2002
Tel: 089/2180 7491

Rheo-Workshop

Seminar, Bohlin Instruments
07.Mai.2002, Pforzheim
Tel.: 07231 580360

Nanoskalige

Darreichungsformen

Kolloquium, DECHEMA e. V.
21. März 2002
Tel.: 069 7564375

Wägen und Pipettieren in der

pharmazeutischen Industrie

Seminar, Mettler Toledo
16./17. April 2002, Gießen
Tel.: 0641 507404

Chemikalien- verbotsverordnung

Seminar, Forschungszentrum
Karlsruhe GmbH
10.-14. Juni 2002, Eggenstein
Tel.:07247 824045

Pyrosequencing

Dr. Mechthild Kässer, Diekholzen

Die Entschlüsselung des Erbguts mit Hilfe automatisierter Sequenziermaschinen ist heute eine Schlüsseltechnologie der Lebenswissenschaften. Ihre Ergebnisse sind in allen Bio-Bereichen stark nachgefragt und bilden oft Ausgangspunkt und neuen Ansatz für modernste Forschung und Entwicklung.



Das Erbgut entschlüsseln bedeutet, die Chromosomen zu untersuchen und festzustellen, in welcher Reihenfolge (Sequenz) ihre wesentlichen Bausteine, die vier Nucleotide mit den Basen Adenin, Thymin, Cytosin oder Guanin, vorliegen. Da Gene das Hauptziel dieser Untersuchung sind, bezeichnet man sie auch als Genanalyse.

Die Technik der Genanalyse erlebte in den vergangenen Jahren eine stürmische Entwicklung. Von den ersten Sequenziermethoden hat sich die von Sanger entwickelte (siehe Kasten) als Standardverfahren durchgesetzt. Die zur Zeit erhältlichen Sequenzier-Automaten basieren fast alle auf seiner Erfindung. Inzwischen sucht man wegen ihres hohen Zeitaufwands nach Verbesserungen. Neue Verfahren erscheinen auf dem Markt, so zum Beispiel die „Pyrosequencing“-Methode. Wissenschaftler des Royal Institute of Technology in Stockholm haben sie in den 90er Jahren erfunden. Der geschützte Name „Pyrosequencing“-Technologie deutet schon an, dass hier eine Lichterscheinung (pyros, griech. Feuer) eine wichtige Rolle spielt.

Die Firma Pyrosequencing AB (gegr. 1997) mit Sitz in Uppsala bietet ein komplettes Analysensystem unter dem Namen PSQ 96-System an (Abbildung 1). Es eignet sich vor allem zur exakten Sequenzierung kurzer bis mittellanger DNS-Abschnitte von 20 bis 30 Basen Länge. Der Benutzer braucht lediglich das geeignete Softwaremodul und die Reagenz-Ausstattung für die

gewünschte Anwendung zu wählen zum Beispiel zur Sequenzanalyse, zur SNP-Analyse oder zur Bestimmung von Allelfrequenzen (siehe Kasten).

■ Vorteile

Hauptvorteil ist eine beachtliche Zeitersparnis. Da im Gegensatz zur normalen Sanger-Methode weder Elektrophoresen noch Markierungsreaktionen erforderlich sind, schrumpft der zeitliche Aufwand für eine Sequenzanalyse von einigen Tagen auf nur noch zwei bis drei Stunden, ein wertvoller Vorsprung, wenn es zum Beispiel um die Aufklärung von Verbrechen oder die Identifizierung eines Krankheitserregers geht.

Auch der Arbeitsaufwand hält sich in Grenzen. In weniger als 45 Minuten ist die Probe nach einfacher Vorschrift für die automatisch gesteuerte Analyse bereit.

Das System bearbeitet bis zu 96 Proben parallel nach einem einfachen, standardisierten Verfahren und liefert in etwa 10 Minuten das Ergebnis in Form von Aufzeichnungen, den „Pyrogrammen“. Nach Aussage des Herstellers liegt die Reproduzierbarkeit bei 99 %, die Genauigkeit übertrifft 99 %. Zahlreiche pharmazeutische Unternehmen nutzen bereits die Pyrosequencing-Technik in ihrer Forschung.

Mit dem PSQ 96-System können bis zu 4500 Proben pro Tag analysiert werden, mit Multiplexing (siehe Kasten) sogar bis zu 18 000. Ein zweites System, das Preferred Technology Programm, das 384 Proben parallel bearbeiten kann, schafft sogar bis zu 48 000 Proben am Tag.

■ Die zugrunde liegenden Reaktionen

Die Methode benutzt eine Abfolge enzymatischer Reaktionen, um den Einzelstrang des aufzuklärenden Chromosomenabschnitts Baustein um Baustein zu einem Doppelstrang zu ergänzen und dabei festzustellen, in welcher



Abbildung 1
Das PSQ 96-Analysesystem eignet sich vor allem zur exakten Sequenzierung kurzer bis mittellanger DNS-Abschnitte von 20 bis 30 Basen Länge.

Reihenfolge die einzeln zugefügten Nucleotide eingebaut werden. Aus dieser Sequenz ergibt sich die des Ausgangsstrangs, denn es gilt das Gesetz, dass im Doppelstrang Adenosin immer gegenüber Thymin, und Cytosin immer gegenüber Guanin angeordnet sind. Umgesetzt wird der Grundgedanke durch eine genial zusammengestellte Auswahl von vier Enzymen, die so aufeinander abgestimmt sind, dass sie in ungestörten Zyklen arbeiten können und ohne Umwege zum Ziel führen. Weitere zwischen- oder nachgeschaltete Trenn-, Markierungs- oder Analysenschritte erübrigen sich.

Dazu wird die Probe in einer Mikrotiterplatte mit dem Enzym-Substratgemisch versetzt. Das Gemisch enthält die Enzyme Polymerase, ATP-Sulfurylase, Luciferase und Apyrase sowie Adenosin 5'-phosphosulfat (APS) and Luciferin. Um den Aufbau des Doppelstrangs verfolgen zu können, der streng in einer Richtung voranschreitet, ist es wichtig, dass immer nur eine Nucleotid-Art (als Triphosphat) zugefügt wird. Die Reihenfolge ist frei wählbar. Wird das Nucleotid zugegeben, das als nächstes den neuen Strang verlängern kann, baut die Polymerase es ein, evtl. auch zwei oder drei gleiche nebeneinander. Jedes andere bewirkt keine Reaktion. Beim Einbau wird Pyrophosphat frei, das die ATP-

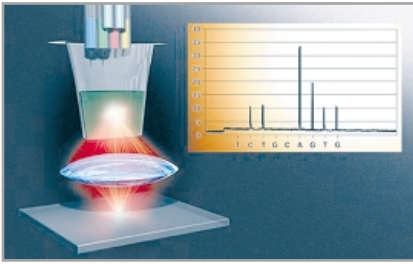


Abbildung 2:
Auswertung in Form eines Pyrogramms. Die Software weiß, welches Nukleotid zuge-
tropft wurde, wenn ein Licht aufblitzt, und
wertet die Stärke des Lichts quantitativ als
Peakhöhe aus.

Sulfurylase vollständig in ATP umwandelt. Dieses wiederum verbraucht die Luciferase, um Luciferin zu oxidieren. Dabei entsteht ein Lichtblitz, der als Signal ausgewertet wird. Die Apyrase schließlich entfernt alle nicht umgesetzten Nukleotide, so dass die folgenden Reaktionen mit den nächsten

Nukleotiden störungsfrei verlaufen können. Das Zusammenspiel der Enzyme ist in Abbildung 3 dargestellt. Im Verlauf des Prozesses entstehen der vollständige komplementäre DNS-Strang und Signale, aus denen seine Sequenz hervorgeht.

■ Auswertung

Das durch die Luciferase erzeugte Licht wird in Echtzeit mit einem CCD (charge coupled device) -Chip detektiert und mit Hilfe der zugehörigen Software letztlich in einen Ausschlag in einem Pyrogramm verwandelt (Abbildung 2). Jedes Signal ist nicht nur einem bestimmten Nukleotid zugeordnet, es liefert auch quantitative Aussagen: Seine Intensität, gekennzeichnet durch die Höhe des Peaks, ist direkt proportional zur Anzahl der gleichzeitig nebeneinander eingebauten Nukleotide. Liegt eine gemischte Probe vor, die zum Beispiel

beide Allele einer Zelle enthält, lässt sich erkennen, ob ein Merkmal oder eine Mutation homozygot (ganzer Ausschlag) oder heterozygot (halber Ausschlag) vorliegt. Das System ermöglicht darüber hinaus sogar Aussagen über den Prozentsatz, mit dem eine bestimmte Mutation in einer gemischten Probe, die aus Einzelproben von bis zu tausend Individuen besteht, vertreten ist (Allelfrequenz-Analyse).

■ Probenvorbereitung

Ein einfaches Protokoll schreibt vor, wie mit Hilfe der gelieferten Reagenzien der fragliche DNS-Abschnitt, der durch Polymerase-Kettenreaktion vermehrt vorliegt, zum Einzelstrang aufgereinigt und mit einem Sequenzierprimer versehen wird. Die Analyse findet in einer Vertiefung der Mikrotiterplatte statt, die auch das Enzym-Substratgemisch enthält.

Einige Fachbegriffe aus dem Bereich der DNS-Sequenzen

Sequenzierung nach Sanger (1977)

Die auch unter dem Namen Kettenabbruchverfahren bekannte Methode geht von einem Einzelstrang des unbekanntem DNS-Abschnitts aus und synthetisiert an dieser mit einem Primer versehenen Matrize mit Hilfe einer Polymerase den komplementären oder Gegenstrang. Das geschieht in vier verschiedenen Ansätzen, die alle die vier 2'-Desoxynukleotidtriphosphate (dNTP) als Bausteine und jeweils eine Sorte 2',3'-Dideoxynukleotidtriphosphat (ddNTP) enthalten. Die Polymerase fügt bei der Synthese die vier dNTPs mit den Basen Adenin, Thymin, Cytosin bzw. Guanin, aber auch in statistischer Verteilung die ddNTPs ein. Da denen jedoch die zur Kettenverlängerung notwendige 3'-OH-Gruppe fehlt, bricht die Kette nach jedem Einbau von ddNTP ab. Im ddATP-Ansatz enden daher alle Abbruchprodukte mit ddAdenosin, im ddTTP-Ansatz alle mit ddThymosin usw. Enthält die untersuchte DNS zum Beispiel zehn Cytosinbasen, so entstehen im ddCTP-Ansatz zehn Abbruchprodukte, die sich in ihrer Länge unterscheiden. Nach Ablösung von ihrer Matrize werden die synthetisierten Kettenbruchstücke durch Gel-Elektrophorese der Größe nach aufgetrennt und an Hand ihrer radioaktiv markierten Nukleotide identifiziert. Aus den Daten ergibt sich die gesuchte Sequenz. Die Stunden dauernde Gel-Elektrophorese ist der Geschwindigkeit bestimmende Schritt und macht die Sanger'sche Analysenmethode sehr zeitaufwändig.

SNP

Als SNP (single nucleotid polymorphism) bezeichnen Genetiker einzelne Positionen von Basenpaaren in der Genom-DNS, die sich natürlicherweise von Individuum zu Individuum un-

terscheiden. Um als SNP anerkannt zu werden, sollte die seltenste Basenalternative bei mindestens 1 % der Population vorkommen. Schätzungsweise bis zu 90 % aller genetischen Variationen sind SNPs. Sie kommen im Erbgut bei etwa jedem tausendsten Nukleotidpaar vor.

Allele

Viele Lebewesen, auch der Mensch, besitzen einen doppelten Chromosomensatz. Je ein Chromosom jedes Chromosomenpaares stammt vom Vater, eines von der Mutter. Jedes Paar besteht aus homologen (=entsprechenden) Chromosomen. Sie sehen äußerlich gleich aus, unterscheiden sich aber oft in bestimmten Abschnitten. Die einander entsprechenden Orte auf homologen Chromosomen bezeichnet man als Allele. Unterscheiden sich die Allele zum Beispiel durch Punktmutation, so spricht der Genetiker von heterozygoten Bereichen, sind beide Allele gleich, von homozygoten. Untersuchungen dieser Art sind Aufgabe der Allel-Analyse. Eine Allelfrequenz-Analyse gibt an, zu welchem Prozentsatz ein bestimmtes Merkmal in einer gemischten Probe vorkommt.

Multiplexing

Multiplexing (engl. vervielfachen) bedeutet hier die parallele Analyse mehrerer (zum Beispiel vier) verschiedener SNPs in einem Reaktionsansatz. Wie viele Reaktionen (Typisierungen) parallel möglich sind, ist von der Sequenz der zu analysierenden DNS abhängig. Mit einer speziell für diese Anwendung entwickelten Software gelingt es, die aus der Überlagerung der einzelnen Reaktionen resultierenden Peakmuster eindeutig zu interpretieren. Multiplexing senkt die Analysekosten und erhöht die Kapazität der Labors.

CLB-MEMORY

Die CLB-Beilage für Ausbildung in Chemie, Labortechnik,
Chemietechnik, Biologie und Biotechnik
Redaktion: R. Ellmer, Am Kornfeld 49, 58239 Schwerte

März 2002

Natürliche Aminosäuren

Dr. Wolfgang Werner, Münster

Aminosäuren sind Verbindungen mit einer Aminogruppe und einer Carboxylgruppe im selben Molekül. Die Einschränkung „natürlich“ weist nicht darauf hin, dass solche Verbindungen in der Natur frei vorkommen, sondern dass sie Bausteine der Proteine sind. Proteine sind Teil aller menschlichen, tierischen und pflanzlichen Organismen. Die natürlichen Aminosäuren weisen alle die gleiche Grundstruktur auf (Abb. 1). Durch die COOH-Gruppe sind Aminosäuren Protonendonatoren und durch die Aminogruppe gleichzeitig Protonenacceptoren. Aminosäuren können daher sowohl als Anionen als auch als Kationen vorliegen. Ist beides gleichzeitig der Fall, spricht man von Zwitterionen. Die Lage der Gleichgewichte hängt vom pH-Wert der Lösung ab. Die undissoziierte Form liegt in wässriger Lösung praktisch nicht vor. Der pH-Wert, bei dem bevorzugt die zwitterionische Form vorliegt, nennt man den **isoelektrischen Punkt**. Am isoelektrischen Punkt ist die Löslichkeit der Aminosäuren am geringsten. Im festen Zustand liegen die Aminosäuren als Zwitterionen vor. Der Schmelzpunkt ist wie bei allen ionischen Verbindungen hoch und von Zersetzung begleitet.

Aus der allgemeinen Formel der natürlichen Aminosäuren (Abb. 1) ist ersichtlich, dass es sich bei dem α -C-Atom um ein asymmetrisches C*-Atom, d. h. um ein Chiralitätszentrum handelt. Die absolute Konfiguration entspricht der S-Form nach der *Cahn-Ingold-Prelog-Definition*. Bei der Zuordnung nach *Emil Fischer* bezeichnete man diese Form als die L-Form. Die einzige Aminosäure

ohne Asymmetriezentrum ist das Glycin, das gleichzeitig die einfachste Aminosäure ist.

Den Begriff Protein prägte *Jöns Jakob Berzelius* (1779 bis 1848, Professor für Pharmazie und Chemie in Stockholm) (von griech. proteos der Erste, der Wichtigste) für menschliches und tierisches Eiweiß. Die deutsche Bezeichnung Eiweiß bezieht sich nicht auf gekochte Eier oder auf Spiegeleier, sondern auf das Eiklar. Die weiße unlösliche Masse nach dem Erhitzen ist das Ergebnis der Denaturierung, d. h. der Zerstörung der ursprünglichen Struktur. Die Chemie der Proteine ist auch heute noch durch besondere Schwierigkeiten gekennzeichnet, zum Beispiel die Kristallisation zur Reindarstellung. So ist es verständlich, dass für die Bildung organischer Verbindungen eine besondere Lebenskraft für erforderlich erachtet wurde. Harnstoff galt seit seiner Entdeckung 1773 durch *Rouelle* als organische Verbindung. Dessen Synthese durch *Wöhler* 1828 mußte daher wie eine Revolution wirken. Proteine aus den verschiedensten Ausgangsmaterialien wurden isoliert, ohne dass es sich um chemisch einheitliche Substanzen im heutigen Sinne handelte. Durch Bildung von zusammengesetzten Worten wie z. B. Serumalbumin (lat. albus, weiß, aus Serum) versuchte man eine Ordnung zu erhalten. Bei einer Reihe ähnlicher Proteine nutzt man das griechische Alphabet, um sie in der Reihenfolge ihrer Entdeckung zu kennzeichnen. Eine Charakterisierung durch Schmelzpunkt oder Siedepunkt ist nicht möglich. Elementaranalysen ergaben nur wenig unterschiedliche Ergebnisse.

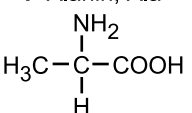
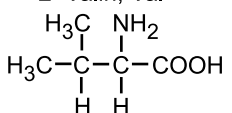
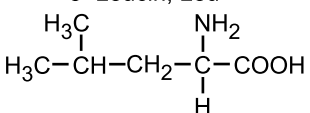
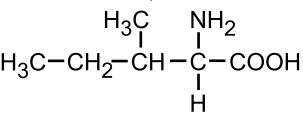
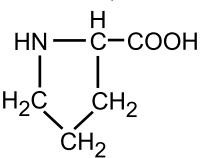
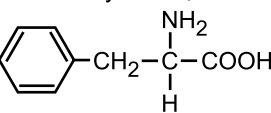
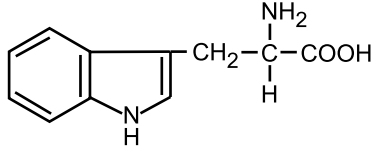
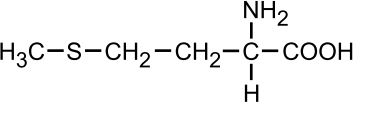
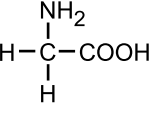
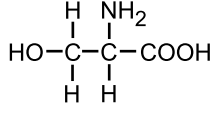
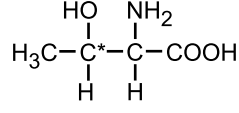
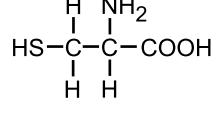
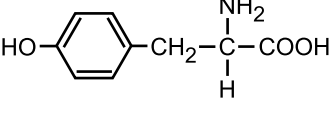
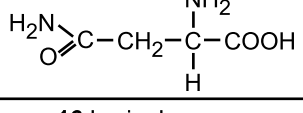
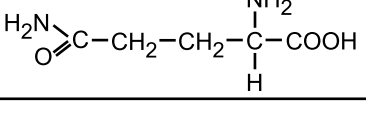
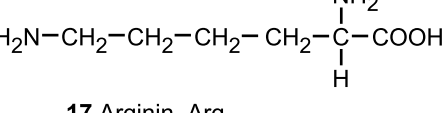
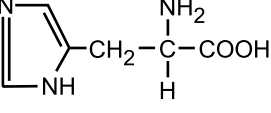
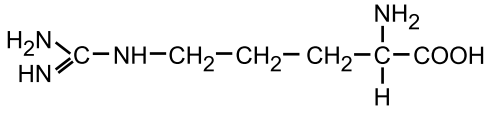
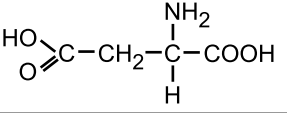
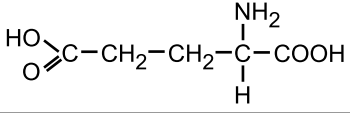
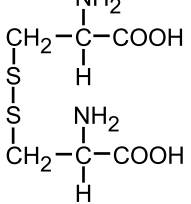
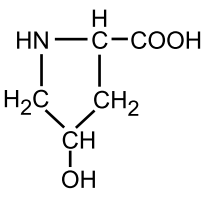
Schlachtabfälle, wie z. B. Knorpel, verarbeitete man durch Kochen zu Leim oder auch zu Gelatine. Aus süßem Leim

isolierte man eine Substanz, die man ursprünglich als Glykokoll bezeichnete (von griech. glykos, süß, und kolla, Leim). Beim Kochen von Proteinen in meist saurer Lösung findet eine Hydrolyse statt, das heißt eine Spaltung durch Wasser. 1875 stellte *Schützenberger* fest, dass sich im Hydrolysat ausschließlich Aminosäuren befinden. Die Isolierung der Aminosäuren gestaltete sich als schwierig, da die Chromatographie noch nicht bekannt war. Als bifunktionelle Verbindungen sind Aminosäuren zur Bildung von Polyamiden befähigt. *Emil Fischer* und *F. Hofmeister* haben 1902 diese Struktur für Proteine vorgeschlagen und nannten sie in diesem speziellen Fall Polypeptide (Abb. 2). Man schreibt die Aminosäure als Abkürzung in drei Buchstaben (Tab. 1 bis 4), wobei die N-terminale Aminosäure links steht (Abb. 2a). Aus der Abbildung 2b wird deutlich, dass eine verschiedene Reihenfolge d. h. Sequenz der Aminosäuren zu verschiedenen chemischen Verbindungen führt.

Einzelne Aminosäuren

Die Aminosäuren haben alle Trivialnamen, die oft Hinweise auf ihre Isolierung oder auf ihre Eigenschaften geben. Die in diesem Beitrag genannten Nummern beziehen sich auf Tabelle 1.

Das **Betain** (Nr. 23) ist ein Sonderfall, es liegt eindeutig als Zwitterion vor. Daher werden Zwitterionen auch als Betaine bezeichnet. Betain kann von seiner Struktur her nur Endgruppe eines Polypeptids sein. Das Vorkommen in der Melasse (lat. mel, Honig), eines dunklen Zuckersirups, der bei der Herstellung des Rübenzuckers (*Andreas Marggraf*, 1709 bis 1782) anfällt, hat zum Namen dieser Substanz geführt (lat. beta, Rübe). Betain

Tabelle 1: Übersicht Aminosäuren (AS)			
1a. Neutrale AS: Unpolare und hydrophobe AS	1 Alanin, Ala 	2 Valin, Val 	3 Leucin, Leu 
	4 Isoleucin, Ile 	5 Prolin, Pro 	6 Phenylalanin, Phe 
	7 Tryptophan, Trp 	8 Methionin, Met 	
1b. Neutrale AS: Polare Seitengruppen	9 Glycin, Gly 	10 Serin, Ser 	11 Threonin, Thr 
	12 Cystein, Cys 	13 Thyrosin, Tyr 	
	14 Asparagin, Asn 	15 Glutamin, Gln 	
1c. Basische AS	16 Lysin, Lys 	18 Histidin, His 	
	17 Arginin, Arg 		
1d. Saure AS	19 Asparaginsäure, Asp 	20 Glutaminsäure, Glu 	
1e. Andere AS	21 Cystin (Cys ₂) 	22 Hydroxyprolin, Hyp 	23 Betain $(\text{CH}_3)_3\text{N}^{\oplus}\text{-CH}_2\text{-COO}^{\ominus}$
	Tabelle 2: Essentielle Aminosäuren Isoleucin Leucin Methionin Phenylalanin Threonin Tryptophan Valin		

ist ein Methylgruppenlieferant bei Transmethylierungsprozessen.

Die erste Aminosäure wurde 1806 aus dem Saft von Spargelpflanzen (lat. asparagus) von *Vauquelin* und *Robiquet* isoliert und **Asparagin** genannt (Nr. 14). Die **Asparaginsäure** (Nr. 19) folgte erst 1868, die *Ritthausen* in Leguminosenkeimlingen fand. Asparaginsäure spielt zusammen mit Glutaminsäure eine wichtige Rolle im Harnstoff- oder Ornithin-cyclus zur Entgiftung des beim Metabolismus der Aminosäuren entstehenden Ammoniaks.

Das Musterbeispiel einer Aminosäure aus einem Hydrolysat ist das **Glycin** (Nr. 9), das man noch lange Glykokoll nannte, was Süßbleim bedeutet (griech. glykos, süß und griech. kolla, Leim). Für die Leimherstellung kochte man tierische Abfälle wie Haut, Ohren, Knorpel und Sehnen. Auf ähnlichem Weg erhält man auch Gelatine. Aus solchen Hydrolysaten isolierte 1820 *Braconnot* das Glycin.

Aus dem Hydrolysat von Menschenhaar isolierte *Rose* 1935 das **Threonin** (Nr. 11). Zu ihrem Namen kam diese Aminosäure, weil die beiden asymmetrischen C-Atome die gleiche Konfiguration zeigten wie im Zucker Threose. Die Oxidation führt zu Weinsäure, der enantiomere Zucker Erythrose wird zur Meso-weinsäure oxidiert.

Aus Seidenleim isolierte *Gramer* 1865 das **Serin** (Nr. 10, lat. seres, Seide), eine weitere Aminosäure mit einer alkoholischen OH-Gruppe.

1846 unterwarf *Liebig* Käse einer KOH-Schmelze und erhielt eine Aminosäure, die er **Tyrosin** (Nr. 13) nannte (griech. tyros, Käse).

Arginin (Nr. 17) ist seit 1886 bekannt und verdankt seinen Namen einem schwerlöslichen Silbersalz (argentum, Silber). 1866 wurde **Glutamin** (Nr. 15) zusammen mit der **Glutaminsäure** (Nr. 20) aus dem Gluten (lat. gluten, Klebstoff), dem Kleber des Weizens, isoliert.

Lysin (Nr. 16) (griech. lysis, Lösung) hat zuerst *Drechsel* 1899 aus Casein (lat. caseus, Käse) erhalten.

Prolin (Nr. 5) findet sich zusammen mit **Hydroxyprolin** (Nr. 22) in vielen Proteinhydrolysaten. Es wurde 1901 von *Emil Fischer* isoliert.

Leucin (Nr. 3) hat seinen Namen von den schimmernden weißen Kristallschuppen (griech. leukos, weiß), als die *Proust* 1819 diese Aminosäure erhielt.

Abb. 1: Aminosäuren

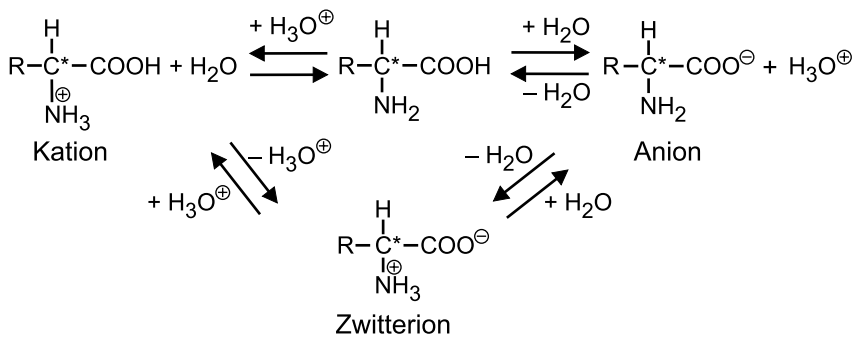
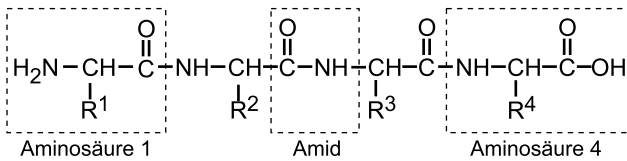


Abb. 2: Polypeptide

a) Tetrapeptid



b) Dipeptide

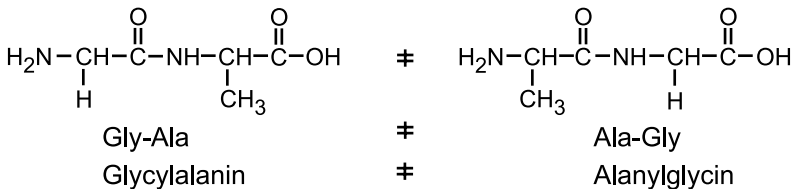
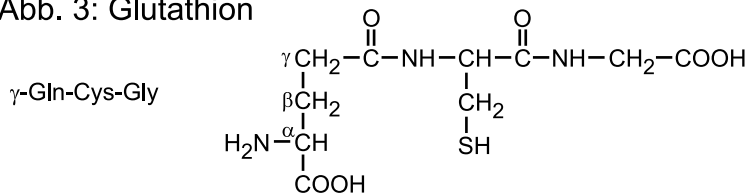


Abb. 3: Glutathion



Isoleucin (Nr. 4) (griech. isos, gleich) fand Ehrlich 1904 in Melasse.

Aus zwei Molekülen **Cystein** (Nr. 12) bildet sich durch Oxidation **Cystin** (Nr. 21), das durch eine S-S-Bindung charakterisiert ist. Durch solche S-S-Brücken können Peptidketten fest zusammengehalten werden. Lockerer sind die Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den einzelnen Peptidketten. Haare, Hufe und Federn sind reich an solchen Schwefelbrücken. Diese Gruppe der Skleroproteine (griech. skleros, hart), zu der auch das Bindegewebe zählt, sind außerdem durch eine besondere Struktur gekennzeichnet. Durch Reduktion des bei der Hydrolyse erhaltenen Cystins wird Cystein gebildet, das wiederum leicht reoxidiert wird. Auch bei der Dauerwelle werden zunächst die S-S-Bindungen reduziert und danach wieder oxidiert, so wird die vorgegebene Form (Welle) fixiert. Das Cystin ist sehr schwer löslich und wider-

steht der Verdauung. Nur eine spezielle Motte (Kleidermotte) verfügt über die Enzyme, um sich von Wolle ernähren zu können. Das antioxidativ wirkende Glutathion ist ein Tripeptid aus Cystein, Glutamin und Glycin: γ-Gln-Cys-Gly (s. Abb. 3), wobei die Bindung der Glutaminsäure über die γ-Carboxylgruppe statt über die α-Carboxylgruppe ungewöhnlich ist.

In der Hoffnung auf neue Aminosäuren zu stoßen, unterwarf man ausgefallene, d. h. seltene Proteine der Hydrolyse. So fand Kossel 1896 im Sturamin, dem Protamin aus Sperma des Störs, das **Histidin** (Nr. 18). Aus dieser auch im Hämoglobin vorhandenen Aminosäure wird durch Decarboxylierung Histamin (griech. histos, Gewebe) gebildet, das die Beschwerden der Allergie auslöst.

Das antioxidative **Methionin** (Nr. 8) wurde erst 1921 aufgefunden. Es ist ein wirksamer Radikalfänger im Organis-

mus. Methionin ist der wichtigste Methylgruppenlieferant für Transmethylierungen. Es ist auch die Vorstufe des Reifungshormons Ethen der Äpfel. Das Spurenelement Selen hat im Selenomethionin den Platz des Schwefels im Methionin eingenommen.

Phenylalanin (Nr. 6) bildet mit Tyrosin (s.o.) und **Tryptophan** (Nr. 7) die Gruppe der aromatischen Aminosäuren, die für die Xanthoproteinreaktion (griech. xanthos, gelb), d. h. die Gelbfärbung der Haut bei Kontakt mit konzentrierter Salpetersäure, verantwortlich sind.

Phenylalanin wird im Körper zu Tyrosin oxidativ hydroxyliert. Die Transformation geht weiter über Dopa (Dihydroxyphenylalanin) und Dopamin zu den Nebennierenhormonen Noradrenalin und Adrenalin. Dopa ist auch die Vorstufe des Pigments der Haut (lat. pigmentum, Farbstoff) Melanin (griech. melas, schwarz, dunkel). Das Hypophysenhormon Melatonin und das Gewebehormon Serotonin werden aus Tryptophan gebildet.

Verdauung und Metabolismus

Verdauung setzt die Aufnahme aus dem Magen-Darm-Trakt voraus und hat die Verwertung durch den Organismus zum Ziel. Beim Metabolismus (griech. metabole, Umsetzung, Wandel) wird die Umwandlung der aufgenommenen d. h. resorbierten (lat. resorbere, aufnehmen) Substanzen im Organismus untersucht.

Proteine können nicht direkt resorbiert werden, dazu müssen sie zunächst verdaut werden. Verdauungsenzyme (griech. enzyme, Sauerteig) wie z. B. Pepsin (griech. pepsis, Verdauung) und Trypsin sind lange bekannt. Diese Enzyme arbeiten bei verschiedenen pH-Werten. Pepsin ist eine Endopeptidase, die die Peptidkette im Magen in der Nachbarschaft von z. B. von Phenylalanin und Tyrosin in Bruchstücke spaltet. Im Dünndarm werden einzelne Aminosäuren von Exopeptidasen (Trypsin und Chymotrypsin) von den Enden der Peptidketten her abgespalten, die dann resorbiert werden können.

Neben der beim Phenylalanin erwähnten oxidativen Hydroxylierung ist die oxidative Desaminierung eine wichtige und allgemeine Reaktion. Die entstehenden α-Ketosäuren gehen nach eventuellen Umwandlungen in den Citronensäure-

recyclus ein. In Umkehrung können aus α -Ketosäuren durch reduktive Transaminierung Aminosäuren gebildet werden.

Ist der Weg von Phenylalanin zu Tyrosin auf Grund des Fehlens des Enzymsystems blockiert, reichert sich Phenylbrenztraubensäure an, die decarboxyliert und als Keton ausgeschieden wird. Diese Erbkrankheit ist als Phenylketonurie (lat. urina, griech. uron, Harn) bekannt und geht mit irreversiblen Hirnschädigungen einher. Die Diagnose (griech. diagnosis Unterscheidung, Beurteilung) muß möglichst frühzeitig beim Neugeborenen ge-

stellt werden. Die Behandlung erfolgt mit einer an Phenylalanin armen Diät (griech. diaita, lat. diaeta, geregelte Lebensweise).

Essentielle Aminosäuren

Nicht alle Aminosäuren können im menschlichen Organismus gebildet werden und müssen ihm als solche zugeführt werden. Die Ernährungsversuche mit Diäten und entsprechenden Zusätzen gehen auf *Rose* (1935) zurück, der mit dem Threonin die erste essentielle d. h. unentbehrliche Aminosäure (lat. essentia,

Sein, Wesen) fand. Da die Ernährungsversuche nicht immer eindeutig verlaufen und manchmal die körpereigene Bildung einer Aminosäure möglich ist, aber nicht in ausreichendem Maße erfolgt, findet man auch Angaben wie semi-essentiell, z. B. bei Arginin und Histidin. In Tab. 2 sind die für den Menschen **acht** essentiellen Aminosäuren zusammengestellt. Für die Ratte ist auch Histidin essentiell. Pflanzen und Mikroorganismen können alle Aminosäuren synthetisieren.

Labortipps (15)

Durchflußkontrolle

Nach Beendigung einer Reaktion oder einer Destillation wird oft vergessen, auch das Kühlwasser abzustellen. Sehr geeignet für die optische Kontrolle sind Wasserwächter, die in den Wasserstrom geschaltet werden und die nach dem gleichen Prinzip wie die Durchflußkontrollanzeige an Tankstellen funktionieren. Steht ein solches Teil nicht zur Verfügung, versucht man eine Luftbase im Wasserstrom zu halten. Die Turbulenzen im Wasserstrom verursachen eine Bewegung, die erkannt werden kann.

Schwierige Filtration

Muß von kleinen Partikeln abfiltriert werden, wie z. B. von Aktivkohle, die vor der Umkristallisation zugesetzt wurde, läuft oft zunächst etwas von den Partikeln mit durch das Filter. In diesem Falle gibt man das Filtrat erneut auf das Filter. Die Poren des Filters verstopfen sich bald so stark, daß das Filtrat klar abläuft.

Verschüttetes Quecksilber

Bei der Flüchtigkeit von Quecksilber und der Toxizität der Quecksilberdämpfe müssen die Kügelchen aufgesammelt werden. Steht keine Quecksilberzange oder eines der kommerziellen speziellen Adsorptionsmittel zur Verfügung, kann man sich Iodkohle aus Aktivkohle und Iod in einem Erlenmeyerkolben mit Glaschliffstopfen selbst bereiten. Die Verdampfung des Iod und seine Adsorption an die Aktivkohle kann man durch gelegentliches Erwärmen im Wasserbad und häufiges Umschütteln erreichen. Das Quecksilber wird zu Quecksilberiodid oxidiert. Nach ausreichender Einwirkung

muß die beladene Iodkohle weggekehrt werden, was einige Mühe bereitet.

Viel einfacher ist die Verwendung von Zinnfolie, die schnell ein Amalgam bildet, das weniger schmutzt als Iodkohle. Steht keine Zinnfolie zur Verfügung, könnte auch die Kapsel einer Weinflasche verwendet werden, die allerdings heute nur noch selten aus Stanniol besteht. Man kann auch eine Zinngranalie durch einen Hammerschlag flach schlagen. Einzelne Quecksilberkügelchen lassen sich mit einem Kupferdraht, der frisch mit Salpetersäure gereinigt wurde und noch damit befeuchtet ist, als Amalgam aufnehmen.

Entlüften des Schütteltrichters

Die Extraktion einer wäßrigen Lösung mit einer damit nicht mischbaren Flüssigkeit ist eine häufige Operation im Labor. Den Schüttel- oder Scheidetrichter legt man in die linke Hand und sichert dabei den Stopfen. Vor dem ersten Schütteln öffnet man den Hahn zur Entlüftung, d. h. zum eventuell notwendigen Druckausgleich. Das Entlüften wiederholt man nach jedem Schüttelvorgang.

Abdrücken von „Schmier“

Bei Synthesen fällt das gewünschte Produkt manchmal verunreinigt durch ölige Nebenprodukte an. Eine grobe Abtrennung dieser öligen Nebenprodukte kann man durch Abdrücken auf einer porösen, d. h. nicht glasierten Tonplatte, oder auch auf Filterpapier erreichen.

Schalldämpfung von Elektropumpen

Zur Verminderung des Druckes werden zunehmend Elektropumpen verwendet, die man auf den Labortisch stellt. Das Brummen einer laufenden Pumpe

wird durch den Labortisch gut weitergeleitet und an die Atmosphäre des Laboratoriums übertragen. Um dies zu vermeiden, stellt man die Pumpe auf eine Styroporplatte oder auf Wellpappe.

Schalldämpfung von Wasserstrahlpumpen

Das Dauergeräusch einer laufenden Wasserstrahlpumpe ist zumindest lästig. Man kann das Rauschen dämpfen, indem man die Pumpe mit Schaumstoff, notfalls mit einem Tafelschwamm umwickelt.

Rundfilter

Man faltet den Rundfilter zu einem Halbkreis, den man nochmals halbiert und dann zu einem Kegel öffnet. Vom doppelten Mantel des Kegels reißt man an der Falte eine kleine Ecke ab. Dadurch passt sich der Kegel dem Filtertrichter besser an. Auf jeden Fall soll das Filterpapier nur am oberen Rand auf dem Glas anliegen, der Rest des Kegels hängt dann frei und die Flüssigkeit kann ungehindert durchlaufen.

Strömungsrichtung in Kühlern

Der Wasserverbrauch soll nicht durch zu hohe Fließgeschwindigkeit und falsche Strömungsrichtung unnütz erhöht werden. In beiden Fällen wird die Kühlkapazität des Kühlwassers nicht gut genutzt. Die Entscheidung über die Strömungsrichtung sollte so gewählt werden, daß das kalte Kühlwasser oder die Kühlsole aus einem Gerät dort eintrifft, wo der Kühlweg endet.

Spülen

Zum Reinigen von Gefäßen, in denen anorganische Reaktionen in Wasser durchgeführt wurden, nimmt man ein

Scheuerpulver; schön schäumendes Spülmittel ist nicht geeignet, da keine hydrophoben Reste (Fett o. ä.) zu entfernen sind. Gefäße, in denen organische Reaktionen durchgeführt wurden, spült man am Besten mit Methanol, Ethanol oder Aceton. Diese drei Lösungsmittel kann man in einer offenen Flasche (l oder 2 Liter), die man in den Ausguß stellt, auffangen. Ein darauf gesteckter Trichter erleichtert das Auffangen. Die wasserfeuchten Gefäße kann man mit Aceton nachspülen, die dann schneller trocknen. Die gesammelten Lösungsmittelreste (s. o.) können von einem Wasserbad destilliert und erneut zum Spülen (daher „Spülöl“ verwendet werden; Schmutz und Wasser bleiben zurück.

Reagenzglasgestell durch Eigenbau

Gestelle für die Reagenzgläser normaler Größe sind meistens vorhanden. Schwieriger wird es, ein Gestell zu finden, wenn man auf kleinere Reagenzgläser wechseln will. Für die meisten Reagenzglasversuche reichen kleinere Reagenzgläser. Styroporblöcke sind billig zu erhalten; es können auch Reste von Verpackungen sein. Erhitzt man eines der Reagenzgläser, für die man ein Gestell benötigt, über einem Bunsenbrenner und drückt es auf den Styroporblock, so entsteht an dieser Stelle ein Loch, da das Polystyrol schmilzt. Durch die Temperatur des Reagenzglases und den Druck kann man Weite und Tiefe der Löcher beeinflussen, in die man dann die Reagenzgläser stecken kann. Das für die Bereitung der Vertiefungen verwendete Reagenzglas ist allerdings außen mit ehemals geschmolzenen Polystyrol verkrustet. Vorsicht: Beim Eindrücken die Hand mit einem Tuch schützen.

Füllhöhe von Reagenzgläsern

In der Regel legt man eine Probe vor und gibt das Reagenz hinzu. Bei der Probe kann es sich auch um einen Feststoff und bei dem Reagenz um das Lösungsmittel handeln. Zum Durchmischen muß geschüttelt werden. Bei einer Füllhöhe von 1/4 eines großen Reagenzglases 16 x 160 mm kann man noch gut umschütteln. Größere Füllhöhen schränken das Umschütteln, wegen der Gefahr des Verschüttens, ein. Auf keinen Fall darf der Daumen zum Verschließen des Reagenzglases verwendet werden, wenn er auch in einer günstigen Stellung gewach-

sen ist. Nicht nur eine mögliche Verunreinigung des Inhalts und eine Schädigung der Haut sind Argumente gegen diese Verwendung; es kann zu einem Überdruck kommen, dem instinktiv mit höherem Druck der Hand bzw. des Daumens entgegen gewirkt wird. Diesen Druck hält das Glas oft nicht aus und splittert. Es wird evtl. auch versucht, durch Lockern des Daumens den Überdruck entweichen zu lassen. Dabei verspritzt die Flüssigkeit in dem Winkel zwischen Haut und Glas.

Kleinere Reagenzgläser dürfen noch weniger hoch gefüllt werden, um den Inhalt noch einigermaßen verwirbeln zu können. Die bei größeren Reagenzgläsern typische Handbewegung ist hier wenig effektiv. Man nimmt das Reagenzglas zwischen Daumen, Zeigefinger und Mittelfinger und tippt mit dem Ringfinger oder dem kleinen Finger daran.

Scharfe Glaskanten abschmelzen

Frische Glaskanten sind so scharf, daß durch einen unachtsamen Griff leicht Schnittverletzungen entstehen. Um diese Gefahr zu vermeiden, sollte man angebrochene Reagenzgläser, wo solche Kanten besonders oft entstehen, zum Glasmüll geben. Man kann die Glaskanten auch durch Aufschmelzen entschärfen. Flüssigkeiten (auch geschmolzenes Glas) haben die Tendenz zur Tropfenbildung, um eine möglichst geringe Oberfläche

einzunehmen. Durch diesen Effekt werden die Kanten abgerundet. Bechergläser sind meist aus schwerer schmelzbarem Glas, bedürfen also einen kräftiger eingestellten Bunsenbrenner und längere Zeit zum Abschmelzen. Glasstäbe, besonders dicke, müssen bewußt langsam erhitzt und auch abgekühlt werden, sonst kommt es zu inneren Spannungen mit der Folge der Bildung von Rissen, was bis zum Abplatzen von Stücken des Glasstabes führen kann.

Bürettenklammer

Steht keine spezielle Bürettenklammer zur Verfügung, hilft man sich mit einem etwa 2 cm langen längs aufgeschnittenen Gummischlauch, den man um die Bürette klemmt. An dieser Stelle kann die Bürette ohne Gefahr des Verrutschens mit einer Laborklammer befestigt werden

Hilfe bei der Phasentrennung

Beim Ausschütteln bildet sich manchmal an der Phasengrenze eine störende Emulsion. In dem System Wasser/organische Oberphase kann man durch Lösen von möglichst viel Natriumsulfat in der wäßrigen Phase den Dichteunterschied vergrößern. In dem System Wasser/organische Unterphase kann man versuchen, durch Zugabe von etwas Alkohol die Emulsion zu brechen.

Weitere Starthilfe für Grignard

Startschwierigkeiten bei dem Anspringen der Grignard-Reaktion sind bekannt. Selbstverständlich muß der Ether völlig trocken sein. Als Starthilfen werden das Anätzen mit Iod und Zusatz von etwas Tetrachlorkohlenstoff empfohlen. Zusätzlich sollte man den Kolben mit den eingewogenen Magnesiumspänen vorher im Trockenschrank trocknen bzw. anwärmen.

Markierung auf einer Platte für die Dünnschichtchromatographie

Es ist Lehrmeinung, daß die Sorptionschicht für die DC nicht verletzt werden darf. Das stimmt für grobe Verletzungen, die das geradlinige Aufsteigen der Lösungsmittelfront beeinträchtigt. Das ist nicht der Fall, wenn beim Auftragen der Probe mit einer Kapillare eine möglichst kleine punktförmige Verletzung gesetzt wird. So ist der Start für die spätere Berechnung der Rf-Werte ein-

Frühe Labortechnik

Beckmann war perfekt in Labortechnik. Von ihm stammt das bekannte Thermometer, mit dem man Temperaturdifferenzen sehr exakt bestimmen kann. Karl Rast – er hat die Campher-Methode für die Schmelzpunktniedrigung erfunden – berichtet in seinem Buch „Laborpraxis“ (Band 4 der Berufskundlichen Reihe zur Zeitschrift Chemie für Labor und Betrieb“, erschienen 1960), dass Beckmann seinen Schülern gesagt haben soll: Bevor man nicht ein Reagenzglas durchgerieben habe, könne man nicht behaupten, die gelöste Substanz kristallisiere nicht.

deutig erkennbar, ohne vorher das Aufsteigen des Fließmittels zu beeinflussen.

Selbstgestrichene Platten für die Dünnschichtchromatographie

Die zu bestreichenden Glasplatten werden durch Abwischen mit einem Filterpapier, das mit Aceton oder Diethylether getränkt ist, entfettet. Dadurch haftet die aufgetragene Schicht besser. In der Regel werden wässrige Suspensionen aufgetragen. Dem Wasser sollte man etwas Aceton oder Ethanol zusetzen. Die aufgetragene Schicht trocknet so schneller.

Vermeidung von Tropfspritzern

Tropft eine Flüssigkeit aus einem Filtertrichter in ein Becherglas, beobachtet man oft, dass ein auftreffender Tropfen das Aufspritzen eines Tropfens verursacht. Lässt man den Auslauf des Trichters die Wand des Becherglases berühren, so läuft die Flüssigkeit ruhig in das Becherglas.

Schmelzpunkt

Der Schmelzpunkt ist eine Stoffkonstante, die anders als der Siedepunkt praktisch unabhängig vom Luftdruck und einfacher mit einer geringeren Menge Substanz bestimmt werden kann. Zur Bestimmung von Schmelzpunkten gibt es Geräte verschiedener Konstruktion. Allen gemeinsam ist die Aufheizung einer Masse Metall oder Öl, verbunden mit einer möglichst genauen Messung der jeweiligen Temperatur. Für eine zuverlässige Temperaturmessung sind die Charakteristika des Thermometers, wie besonders die Eintauchtiefe in das Medium, zu beachten. Die Probe Feststoff wird zwischen Objektträger und Deckglas für die Messung unter einem Schmelzpunktmikroskop oder in ein Schmelzpunktröhrchen gebracht für die Messung in einem speziellen Metallblock oder in einem Gerät, das mit Öl als Übertragungsmedium arbeitet.

Ein Schmelzpunktröhrchen ist eine einseitig zugeschmolzene Kapillare von ca. 1 mm Durchmesser. Um die zu messende Substanz einzufüllen, sticht man mit der Öffnung des Röhrchens in die Substanz und läßt das Röhrchen mit dem geschlossenen Ende nach unten durch ein senkrecht aufgestelltes Glasrohr fallen. In einem ersten Durchgang bestimmt man den Schmelzpunkt nur grob, um sich

bei der genauen Messung der voraussichtlichen Temperatur möglichst langsam zu nähern. Bei zu schnellem Aufheizen werden oft keine genauen und reproduzierbaren Schmelzpunkte erhalten. Im Prinzip verfestigt sich die geschmolzene Probe bei der selben Temperatur, bei der das Zusammenbrechen des Kristallgitters erfolgte, d. h. beim Schmelzpunkt.

Schmelzpunktmikroskope sind oft mit einem Polarisationsfilter ausgestattet. Da viele Substanzen doppelbrechend sind, Schmelzen jedoch nicht, ist die Entscheidung „geschmolzen oder noch fest“ leichter zu treffen. Tritt beim Schmelzpunkt Zersetzung ein, was an einer Verfärbung oder an der Bildung von Gasbläschen erkannt wird, ist es noch wichtiger sich langsam an den Zersetzungspunkt heranzutasten. Sublimiert die Substanz, sollte das Schmelzpunktröhrchen zugeschmolzen werden, da sonst die Substanz „verschwindet“. In seltenen Fällen kristallisiert eine Substanz (je nach Kristallisationsbedingungen) in verschiedenen Modifikationen, d. h. in verschiedenen Kristallgittern, die auch verschiedene Schmelzpunkte haben. Die Modifikationen wandeln sich beim Erhitzen bei einer bestimmten Temperatur in einander um.

Der Schmelzpunkt war früher das einzige Reinheitskriterium. Es wurde bis zur Konstanz des Schmelzpunkts umkristallisiert. Ist eine Substanz A mit einer Substanz B verunreinigt, so wird der Schmelzpunkt in Abhängigkeit von der Menge Verunreinigung herabgesetzt (**Schmelzpunktserniedrigung**). Dieses Phänomen wird verwendet zur Feststellung der Identität zweier Substanzen: Vor Bestimmung des **Mischschmelzpunktes** werden etwa gleiche Mengen der beiden Substanzen innig miteinander vermischt. Wird keine Erniedrigung des Schmelzpunktes beobachtet, handelt es sich um identische Substanzen. Einen theoretischen Schmelzpunkt gibt es nicht. „Theoretisch“ bedeutet, dass man den Schmelzpunkt berechnen könnte. Man vergleicht mit Schmelzpunktangaben der Literatur. Abgekürzt wird Schmelzpunkt als Schmp., Smp. oder auch Fp von engl. fusion point.

Vakuumdestillation

Setzt man den Druck durch Pumpen herab, sinkt die Siedetemperatur. Dieser Effekt wird besonders für hitzeempfindli-

che Substanzen genutzt. Der mit einem Manometer gemessene Druck wird in mm Hg in kleinen Ziffern tiefgestellt hinter die Abkürzung geschrieben. Das Anlegen des Vakuums (besser: die Erzeugung eines Unterdrucks) sollte nicht bei schon erhitztem Destillationskolben erfolgen, um ein plötzliches Überkochen zu vermeiden. Als Pumpen werden für Drücke um 1 mm Elektropumpen, d. h. Membranpumpen, verwendet. Wichtig ist das Vorschalten einer Kühlfalle zur Kondensation von Dämpfen, um eine Beschädigung des Innenlebens der Pumpe zu vermeiden.

Die erste Vakuumpumpe war die Wasserstrahlpumpe, die auch heute noch verwendet wird. Negativ an ihr wird heute der Wasserverbrauch und das „Verschwinden“ von Lösungsmitteldämpfen im Abwasser bewertet. Das mit einer Wasserstrahlpumpe erzielbare Vakuum von ca. 12 mm hängt sowohl vom Wasserdruck als auch von der Wassertemperatur ab. Besonders bei häufigem Gebrauch und unter dem Einfluß von Lösungsmitteldämpfen reiben sich aus dem Vakuumschlauch kleine Gummistückchen ab, die in die Wasserstrahlpumpe gelangen können und diese in ihrer Funktion beeinträchtigen. In Wasserstrahlpumpen aus Glas, die allerdings zerbrechlich sind, sind diese Partikel sichtbar, nicht jedoch in Wasserstrahlpumpen aus Kunststoff (PVC). Eine Überprüfung der Funktion einer Pumpe ist mit Hilfe des Manometers möglich, bei einer Wasserstrahlpumpe kann sie auch am Geräusch bei geschlossenem Schlauch erkannt werden. Wird das gewünschte Vakuum nicht erreicht, können auf der Seite der Destillationapparatur undichte Stellen oder eine Siedekapillare von zu großem Durchmesser der Grund sein. Schliffverbindungen müssen mit wenig Schliff fett abgedichtet werden. Manchmal verursacht die nicht spannungsfreie Befestigung der Apparatur Verkantungen und ist Grund für undichte Schliffverbindungen. Die Siedekapillare muß gegebenenfalls neu ausgezogen werden. Die Siedekapillare muß bis an die tiefste Stelle des Kolbens reichen.

Besonders geringe Drücke (unter 1 mm) lassen sich mit Diffusionspumpen erreichen, die ein mit konventionellen Pumpen erzeugtes Vorvakuum verbessern. Bei der Destillation in einem solchen Hochvakuum ist auf ausreichenden

Durchmesser der Rohre der Apparatur zu achten. Zur Beendigung oder Unterbrechung einer Vakuumdestillation muß die Apparatur vorher belüftet werden.

Fraktionierte Destillation

Aus einem flüssigen Stoffgemisch destilliert zunächst die am leichtesten flüchtige Komponente ab. Der Anteil der Hauptkomponente nimmt allmählich zu. Daher unterbricht man die Destillation und nimmt einen Vorlauf ab. Analoges gilt für den Nachlauf. Diese unterbrochene Destillation bezeichnet man als fraktionierte Destillation. Der Fortgang der Destillation ist am Gang der Siedetemperatur zu erkennen. Die Reinigung kann weiter getrieben werden, indem man die Destillation mit der Hauptfraktion wiederholt. Diesen Effekt erhält man auch durch die Zwischenschaltung einer Kolonne zwischen Siedekolben und Kühler. In der Kolonne erfolgt die Kondensation und erneute Verdampfung meist mehrfach. Die Länge, die einer erneuten Destillation entspricht, bezeichnet man als „theoretischen Boden“. Die Wiederholung der Destillation zur Steigerung des Reinigungseffekts bezeichnet man als Rektifikation.

Azeotrope Destillation

Gehen bei einer Destillation zwei (oder mehr) Substanzen in einem festen Mengenverhältnis unabhängig von dem Mischungsverhältnis im Destillierkolben über, bezeichnet man diese als azeotrope Gemische. Der Siedepunkt eines Azeotrops liegt niedriger als die Siedepunkte der Einzelkomponenten. Azeotrope Gemische können durch weitere Destillation nicht aufgetrennt werden. Man

nutzt die azeotrope Destillation oft zur Entfernung von Reaktionswasser und damit zur Verschiebung eines Gleichgewichts. Die Menge des abgeschiedenen Wassers zeigt den Fortgang der Reaktion an. Je nachdem, ob das Wasser die Ober- oder Unterphase bildet, sind die Wasserabscheider verschieden konstruiert.

Wasserdampfdestillation

Relativ flüchtige und mit Wasser nicht mischbare Substanzen lassen sich mit Hilfe von Wasserdampf aus Gemischen abtrennen. Die Summe der Dampfdrücke der Substanz und des Wassers stehen dem Luftdruck gegenüber. Zur Erzeugung des Wasserdampfes dient eine Dampfkanne. Ein Steigrohr dient zum Aufbau eines Überdrucks für den Dampf. Ein Wasserstandsmesser dient als Kontrolle für die Funktionsfähigkeit der Dampfkanne. Der Wasserdampf soll möglichst tief unter das zu trennende Gemisch geleitet werden. Es ist empfehlenswert, das zu behandelnde Gemisch auf 100 °C vorzuheizen, um die Kondensation größerer Mengen Wasser zu vermeiden.

Wassertropfen in Äther

Zum Beispiel nach dem Ausschütteln einer wäßrigen Lösung beobachtet man manchmal Wassertropfchen in der mit Wasser nicht mischbaren Phase (z. B. Ether, Dichlormethan). Bei der Filtration werden die Wassertropfchen im Filterpapier festgehalten (adsorbiert).

Tiegel seitlich vorheizen

Für Aufschlüsse schwerlöslicher Verbindungen werden Schmelzen in Tiegeln aus Porzellan, Nickel oder Platin hergestellt. Das Tiegelmaterial richtet sich

nach der anzufertigenden Schmelze. Beim Ausgießen der Schmelze erstarrt an der Seite, über die ausgegossen wurde, ein Teil der Schmelze und entzieht sich so der Weiterverarbeitung. Stellt man den Tiegel im Tondreick schräg, so wird eine Seitenwand stärker erhitzt. Gießt man über diese Seite aus, bleibt der Verlust geringer.

Pyknometer

Zur Dichtebestimmung von Flüssigkeiten (auch von Lösungen) bedient man sich eines Pyknometers. Da die Dichte ρ in g/ml von der Temperatur abhängig ist und vereinbarungsgemäß bei 20 °C bestimmt wird, bringt man das Pyknometer mit seinem Inhalt in einem Thermostat auf 20 °C. Das Pyknometer muß bei 20 °C geeicht sein. Notfalls kann man die Eichung über eine Dichtebestimmung von destilliertem Wasser nachholen. Das thermostatisierte Pyknometer mit Inhalt wird genau ausgewogen. Die gesuchte Dichte ρ errechnet sich aus: g/ml. Anders als bei Gasen ist die Dichte von Flüssigkeiten vom Luftdruck praktisch nicht abhängig. Im Thermostat ist das Übertragungsmedium in der Regel Wasser. Die zuverlässige Trocknung des Pyknometers hat einen größeren Einfluß auf das Messergebnis als eine geringe Abweichung der Temperatur des Wassers im Thermostat. Steht ausreichend Flüssigkeit zur Verfügung, ist eine Dichtebestimmung mit Spindeln (Aräometer) einfacher, wenn auch weniger genau.

Dr. Wolfgang Werner, Münster

Mit dieser 15. Folge ist die Reihe der Labortipps abgeschlossen.

e-Mail ist einfacher als Postkarte: Preisrätsel in Heft 12/2001

Im Vergleich zu früheren Preisausschreiben gingen auf das Rätsel zu „100 Jahre Nobelpreis“ im Dezemberheft wesentlich mehr Lösungen ein. Dass mehr Leser als früher die Hemmschwelle überwand und sich die Mühe machten, ihre Lösung zu schicken, mag auf das Konto Internet gehen, denn 81,5 Prozent der Einsender schickten Ihre Lösung per e-Mail. Allen Einsendern sei für ihre Mitwirkung gedankt.

Das Lösungswort hieß EXPERTEN-SYSTEM. Alle Einsendungen waren

richtig. Die Gewinner wurden folgendermaßen ermittelt: Alle Namen (ohne Vornamen) standen ohne Rücksicht auf das Eingangsdatum in einer Liste. Eine unbeteiligte Person schrieb dann hinter fünf Namen die Zahlen 1 bis 5. Als erster Preis waren DM 100 genannt worden, der Gewinner hat sich eine „Preiserhöhung“ auf Euro 52 gefallen lassen müssen. Die anderen Gewinner konnten sich aus einer Liste ein Buch aussuchen. Es handelte sich um Bücher, die im November 2001 in CLB vorgestellt wurden.

Der **1. Preis** ging an Heinz Machtlinger in Pasching in Österreich. Auf Anfrage hat uns der Gewinner folgendes mitgeteilt: Er hat CLB schon über 30 Jahre abonniert und arbeitet bei einer oberösterreichischen Backmittelfirma, die den Kornspitz erfunden hat, als Betriebsleiter. Das Unternehmen erzeugt die Vormischung für dieses dunkle Vollkornbrötchen und exportiert sie in über 50 Länder. Die anderen Preise erhielten:

2. Dr. Dieter Hedermann, Wuppertal. **3.** Angela Perrone, Lübeck. **4.** Dr. Norbert Petereit, Hamburg. **5.** Ernst Edler von Malyevacz, Korntal-Münchingen.

Liebe Leserinnen und Leser,

Sie sind gewohnt, auf dieser Seite programmierte Fragen entweder aus den Bereichen Chemie/Physik oder Biologie zu sehen und vielleicht zu bearbeiten. Die Fragen fehlen in diesem Monat deshalb, weil ich mich von Ihnen verabschieden möchte. Ich habe „auf das Heft genau“ 46 Jahre für CLB gearbeitet. Mit dem CLB-Chefredakteur habe ich abgesprochen, dass diese Zeilen da erscheinen, wo ich anfangen habe, nämlich in der CLB-Beilage.

Ich kenne die Zeitschrift von ihrem ersten Heft an, weil ich sie gleich bei der Gründung abonniert habe. Auf dieser Seite möchte ich Ihnen etwas aus der CLB-Geschichte und über meine Tätigkeit erzählen, aber in anderer Art als zum 50-jährigen Bestehen von CLB.

Gründerjahre

„Chemie für Labor und Betrieb“ wurde 1950 von Dr. Wilhelm Foerst, Chef-Lektor beim Verlag Chemie (Weinheim), im Umschau Verlag (Frankfurt am Main) gegründet. Verlag und Herausgeber beriefen Dr. Hans-Joachim Flechtner (Marburg) zum Chefredakteur. Die Zeitschrift war eigentlich für Laboranten und Chemotechniker bestimmt. Das Niveau der Beiträge stieg jedoch im Laufe der Jahre, so dass die Zeitschrift gern von Chemikern gelesen wurde. Deshalb wurde eine Beilage beschlossen, zu deren Schriftleiter ich berufen wurde. Die erste Nachwuchsbeilage „Lernen und Leisten“ erschien im April 1956. Offensichtlich hatte die Beilage für die damals noch in viel größerer Zahl als heute in der Ausbildung befindlichen Lehrlinge das richtige Niveau, denn die CLB-Auflage vergrößerte sich sehr deutlich.

Veränderungen an der Spitze

1975 trat Hans-Joachim Flechtner aus Altersgründen zurück, und ich avancierte vom Schriftleiter der Beilage zum Chefredakteur der Zeitschrift. Der Umschau Verlag brauchte keine Anzeige aufzugeben, ich kannte schließlich alle Abläufe und die Zusammenarbeit mit der Druckerei. Doch meine Tätigkeit als Ausbildungsleiter für Chemieberufe im Werk Knapsack der Hoechst AG musste ich aufgeben, denn eine Chefredaktion ist keine Nebentätigkeit. Ich machte mich selbständig.

Während meiner Zeit als CLB-Chefredakteur wurde die Beilage viele Jahre von Dr. Udo Bosmann betreut. Als dann der Verlag den Umfang der Beilage reduzierte, redigierte ich auch die Beilage. Das blieb auch so, obwohl der Verlag nach Protesten aus der Leserschaft die Beilage wieder auf den alten Umfang brachte.

Sofern Sie nicht ein relativ neuer CLB-Abonnent sind, kennen Sie den Rest: Meine Nachfolger als Chefredakteur waren Dr. Ernst Guggolz und Jürgen Wagner. Beide hatten bei der Übernahme ihres Amtes bereits Redaktionserfahrung.

Vor rund einem Jahr hat dann der Umschau Zeitschriftenverlag CLB verkauft, und der neue Besitzer Rolf Kickuth ist zugleich Chefredakteur. Vielleicht sollte ich es deutlich sagen: Ich gebe mein Amt nicht ab, weil jetzt Rolf Kickuth die Marschrichtung bestimmt, sondern ich höre erst jetzt auf, weil ich die Chefredakteure nach mir und damit CLB in der schwierigen Zeit noch unterstützen wollte. Nur aufmerksame Leser werden bemerkt haben, dass ich außer der Beilage die Seiten Literatur, Software und (bis vor einem Jahr) Wirtschaft betreut habe.

Beiprodukte

Die Tatsache, dass der Umschau Verlag CLB verkauft hat, schmälert nicht seine Verdienste während 50 Jahren. Immerhin ist CLB die älteste Abonnementszeitschrift für Chemie und Labor. Und: Der Verlag gab mir Gelegenheit, neue Projekte zu realisieren.

Ich konnte die *Berufskundliche Reihe*, bekannter als die gelben Bücher, herausgeben. Sie startete mit dem „Prüfungsbuch für Chemielaboranten“, das den Mitautoren Hermann Weil und Klaus Langlotz und mir viel Anerkennung einbrachte. Wir gingen einen vollkommen neuen Weg. Das Prüfungsbuch erlebte sieben Auflagen, die „Qualitative Analyse“ drei. Am Ende umfasste die Reihe zusammen mit ihrem Nachfolger „Basiswissen Chemie“ 30 Bände. Der Verlag hat die Reihe nicht fortgeführt.

Nach dem Aufkommen der Overhead-Projektoren entwickelte ich die *CLB-Arbeitstransparente* – selbstverständlich, dass sie in einem gelben Rahmen ausgeliefert wurden. Am Ende waren es 100 Themen. Die Produktion der kleinen Auflagen dieser Transparente war nicht

sehr umweltfreundlich, und die Transparente standen einem aktiven oder gar forschend-entwickelnden Unterricht im Wege.

Mittlerweile waren die Computer im Kommen. CLB-Leser schickten Listings (heute Quellcode) zur Veröffentlichung ein, was den Verleger Jürgen Breidenstein zu der Anregung veranlasste, daraus ein Zusatzgeschäft zu machen. So entstand – auch durch die Mitarbeit von Heinrich Hobelsberger als Software-Autor – die sehr erfolgreiche *Umschau-Software* mit Chemie-, Rechen- und Zeichenprogrammen. Später, noch vor der Wende, gelang es mir, Software aus der DDR in diesen Bereich einfließen zu lassen. Erinnert sei an die Software HAMOG (Hallesche Molekülgrafik). Doch auch auf diesem Gebiet gab es Marktsättigung und Mitbewerber. Die Umschau-Software wird heute von Dr. Udo Maid in seiner Firma „mpm Fachmedien“ betreut.

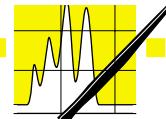
Dank und nochmals Dank

Sie merken, dass ich viele Namen genannt habe, deshalb, um zu zeigen, dass ich die Projekte nur mit der Unterstützung anderer Personen realisieren konnte. Ein Chefredakteur oder ein Herausgeber mag noch so gut und fleißig sein und eine glückliche Hand haben, aber ohne gute Autoren ist er ein Nichts.

Ich danke allen Personen, die mir während der 46 Jahre zugearbeitet haben, mich beraten und unterstützt haben – die CLB-Herausgeber eingeschlossen. Noch nicht erwähnt habe ich meinen Sohn, der während seiner Schulzeit unzählige Strukturformeln und Zeichnungen mit Tusche und Reibebuchstaben für die Beilage und die Transparente gezeichnet hat, und meine Frau, die diese Arbeit fortsetzte und ab 1975 in der Redaktion mitgearbeitet hat. Sie hat mir so manche Reise zu Pressekonferenzen abgenommen. Da sie auch vom Fach ist, sparte sie nicht mit konstruktiver Kritik. Von ihr stammt die Idee, das B in „Betrieb“ für „Biotechnik“ im CLB-Untertitel zu verwenden. Zuletzt geht der Dank an Sie, liebe Leserinnen und Leser. Bleiben Sie Ihrer Fachzeitschrift weiterhin treu.

Sie können mir gern eine Nachricht schicken (rellmer@t-online.de) oder meine Homepage www.chemutil.de aufsuchen.

Ihr Reinhold Ellmer



Anwendungen

Die Untersuchung und Aufklärung von kurzen DNS-Sequenzen liefern wertvolle Informationen. Diese sind besonders für Medizin und Pharmazie von großem Wert, können sie doch gleich umgesetzt werden zur Entwicklung wirksamerer Medikamente, für die Voraussage einer Veranlagung zu bestimmten Krankheiten und für individuell auf den Patienten zugeschnittene Behandlungsverfahren. Eine Sammlung erfolgreicher Einsatzbeispiele ist bei der Fa. Pyrosequencing AB unter der Adresse www.pyrosequencing.com abrufbar. Hier eine Übersicht:

Identifizierung und Charakterisierung von Mikroorganismen

Mikrobiologen nutzen die Technik, um Bakterien und Viren ohne tagelanges Kultivieren zu identifizieren. Außerdem lässt sich feststellen, ob ein Stamm die Mutation trägt, die ihn infektiös oder gegen bestimmte Antibiotika resistent macht. Mediziner können mit diesen Erkenntnissen schnell die

richtige Behandlung einleiten. Bakterien sind anhand ihrer 23s-rRNS sehr schnell zu identifizieren. In einer Sequenzanalyse werden bis zu 98 Zyklen gefahren. Oft reicht es schon, eine Sequenz von 20 Nukleotiden aufzuklären. Eine Sequenzierung ist innerhalb einer Stunde, je nach Leseweite, abgeschlossen. Mit der SNP-Software können auf der gleichen Platte Resistenzen aufgespürt werden. (Anwendung 206: *Helicobacter pylori*, Anwendung 207: *Listeria monocytogenes*) Kürzlich wurden auch *B. anthracis* und *Bordetella pertussis* charakterisiert.

Diagnose von Krankheiten

Da eine Reihe von Krankheiten durch Mutationen auf einem bestimmten Gen ausgelöst werden – zahlreiche solcher Zusammenhänge sind bekannt, geben SNP-Analysen Auskunft darüber, ob eine genetisch bedingte Veranlagung besteht.

Allel-Analysen klären ergänzend, ob beide Allele die Mutation tragen, der Ausbruch also sehr wahrscheinlich ist. Lange bevor die Krankheit aus-

bricht, könnten Vorkehrungen getroffen werden, um sie zu verhindern (Anwendung 201: Angiotensin umwandelndes Enzym ACE und Bluthochdruck). Tierzüchter nutzen die Daten, um betroffene Tiere von der Zucht auszuschließen (Anwendung 203: Diagnose von CLAD).

Allelfrequenz-Analysen zeigen zum Beispiel den Anteil gefährlicher Mutationen in gemischten Zellproben aus Tumorgewebe auf (Anwendung 204). Bis hinunter zu 5 % lässt sich eine bestimmte Variante in einer Probenmischung zuverlässig erkennen.

Verbrechensaufklärung.

Eine weitere Anwendung für die Sequenzanalyse findet sich in der Forensik für die Sequenzierung von Mitochondrien-DNS (mt-DNS), um zum Beispiel Haar- oder Speichel-Proben vom Tatort mit Proben von Verdächtigen zu vergleichen.

Allelfrequenz-Analyse

Genomweite Aufzeichnungen von SNPs sollen Unterschiede in Bezug auf Allelfrequenzen zwischen verschiedenen Gruppen aufzeigen und damit zum Beispiel bestimmte Bevölkerungen charakterisieren. Statt Tausende von Einzelbestimmungen durchzuführen, kann man mit dem Pyrosequencing-System aus wenigen Sammelproben (aus bis zu tausend Einzelproben) die gewünschte Statistik, Zeit- und Materialsparend, erstellen.

Dank

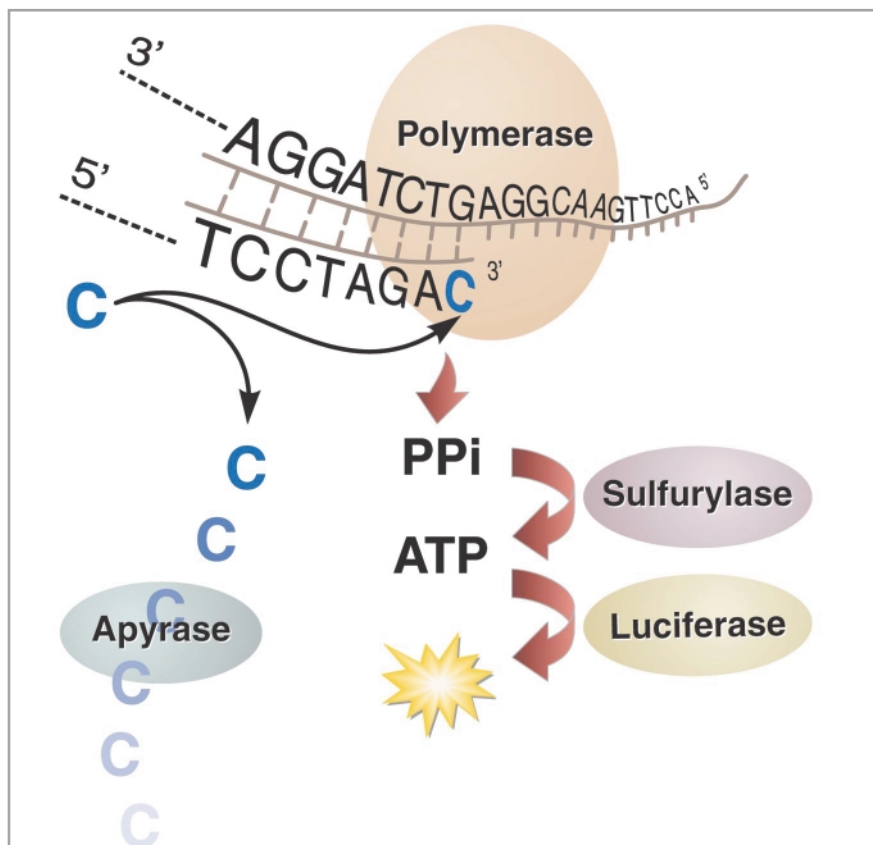
Die Abbildungen stellte Susanne Gläser von der deutschen Niederlassung der Pyrosequencing GmbH, Hamburg, zur Verfügung (susanne.glaeser@pyrosequencing.com, Tel.: 040/81957566).



Die Autorin:

Dr. Mechthild Käser ist langjährige Korrespondentin der CLB.

Abbildung 3:
Enzymkaskade der Pyrosequencing-Methode



Nah am Arbeitsmarkt in Ausstellung und Vorträgen

„50 Prozent des gesamten Biotechnologie-Umsatzes vom Neuen Markt stammen von Ausgründungen der Universität Düsseldorf“, machte Prof. Dr. Detlev H. Riesner, Biophysiker an der Universität Düsseldorf und Mitgründer sowie Aufsichtsratsvorsitzender des Biotechnologie-Vorzeigeunternehmens Qiagen auf der Pressekonferenz der LifeCom in Düsseldorf aufmerksam. Das Symposium mit Industrieausstellung fand zum zweiten Mal statt.

Werner Günther, Gründer der Veranstaltung, konnte schon ein Jahrzehnt Erfahrungen mit der InCom sammeln. Er rechnete u.a. wegen des angesprochenen Biotech-Umfeldes in der Rheinmetropole, das sich freilich hinsichtlich des Umsatzes auf die Schwergewichte Qiagen und Rhein Biotech stützt, mit etwas mehr als 5000 Besuchern, mehr als bei der 1. LifeCom. Auch durch die Entwicklung der Biotechnologie und der benötigten Instrumentelle Analytik, die sich jetzt auf die Bereiche „Genomics, Proteomics und auch Robotics“ ausweitet, nahm Günther die Hoffnung auf eine positive Entwicklung des Ausstellungssymposiums. Die Redaktion der CLB vernahm jedoch auch unzufriedene Stimmen über den Besuch der dreitägigen Veranstaltung.

Insgesamt stellten 60 Aussteller aus dem Bereich Instrumentelle Analytik sowie 70 aus dem Umfeld – Region, Förderinitiativen etc. – ihre Produkte und Dienstleistungen vor. Günther will die LifeCom grundsätzlich kostenfrei halten, auch wenn er erstmals einem „Wunsch von Ausstellern“ entsprach, für den Besuch ihres Workshops einen Obulus entrichten zu lassen.

Auf der LifeCom fand auch ein Symposium für Biologen statt. Im

Dr. Georg Käab, Geschäftsführer vdbiol e.V., Erika Müller Hoegen, human resources, amaxa GmbH und Lothar Fischer, Personalbetreuung Forschung und Technologie, Henkel KGaA (von links nach rechts) im BioBerufe-Forum (Foto: Bulmahn).

„Forum BioBerufe“ zeigte der vdbiol (Verband deutscher Biologen und bio-wissenschaftlicher Fachgesellschaften e. V.) Berufsperspektiven und gab Hinweise, was in der Ausbildung beachtet werden sollte. Auch Kinder und Jugendliche konnten im Rahmen des „LifeSciences – live Schülertages“ sehen, was moderne Biologie bedeutet. Im „Forum Gründerzeit“ informierten sich Nachwuchswissenschaftler über Möglichkeiten der Existenzgründung. Etliche „Start-up“-Unternehmen stellten sich vor. Solche Firmen beschäftigen sich häufig mit LifeSciences, einem Begriff, der sich eingebürgert hat, da mit zunehmender Interdisziplinarität viele Forschungsarbeiten nicht mehr eindeutig der Biologie, Chemie oder Medizin zuzuordnen sind.

Auf der Biologie-Pressekonferenz der LifeCom war zu hören: Der Biologe von heute ist nicht mehr nur „Insektenforscher“. Neben der klassischen Ausbildung werden die Bereiche Biochemie und Biotechnologie immer wichtiger. Berufsfelder für Biologen ergeben sich aber auch in den modernen Neurowissenschaften und der Nanotechnologie. Die Umweltwissenschaften (Ökologie) sind dagegen auf dem Arbeitsmarkt zur Zeit nicht so gefragt.

Dieser orientiert sich grundsätzlich jedoch mehr nach der praktischen Erfahrung von Bewerbern als nur nach deren theoretischer Ausbildung. „Der Ausbildungsgang eines Bewerbers ist nicht unbedingt entscheidend. Wichtiger ist das, was er in den letzten Jahren



Prof. Dr. Detlev Riesner (links) und Werner Günther stellen eine gegenüber dem Jahr 2000 verbesserte LifeCom vor (Foto: Kickuth).

gemacht hat und die Eigeninitiative bei einer Bewerbung“, erklärt Erika Müller-Hoegen, Vertreterin eines solchen inzwischen sehr erfolgreichen Biostart-ups, der Amaxa GmbH. Das 1998 gegründete Unternehmen, das eine Technologie für nicht-viralen Gentransfer produziert, beschäftigt inzwischen 70 Mitarbeiter und baut gerade einen Standort in den USA auf. Auch für Lothar Fischer von der Henkel KGaA, einem traditionsreichen Unternehmen, das immer stärker auf Biotechnologie setzt, ist die Eigeninitiative eines Bewerbers nach wie vor wichtig. Er unterstützt die Einführung von Master-Bachelor-Studiengängen, die jüngere Berufsanfänger ausbilden. Die einzelnen Berufswege seien so auch einfacher im europäischen Umfeld vergleichbar. Es sollten im Studium eher persönlichkeitsfördernde Merkmale statt Spezialwissen vermittelt werden. *RK/MB*



Nach zehn Jahren: Neues vom „Molekül des Jahres 1992“

Stickstoffmonoxid (NO) ist einerseits ein bekannter Umweltschadstoff, der zum Beispiel in Abgasen oder auch im Zigarettenrauch vorkommt. Andererseits wird er auch als biologischer Botenstoff im Körper gebraucht. Das von der Zeitschrift „Science“ als „Molekül des Jahres 1992“ ausgewählte NO ist in vielen physiologischen Prozessen im menschlichen Körper nützlich, unter anderem bei der Informationsübermittlung zwischen den Nervenzellen des Gehirns.

Das Gas Stickstoffmonoxid (NO, auch Lachgas genannt, weil es euphorisierend wirkt) mischt im Körper des Menschen an vielen Stellen mit: Es entspannt die glatte Muskulatur, erweitert die Blutgefäße oder wirkt der Entstehung von Blutgerinnseln entgegen.

■ Stickstoffmonoxid im Organismus

Es ist kein Wunder, dass Forscher genau wissen wollen, wie Stickstoffmonoxid im Körper wirkt – schließlich kommt dieses Molekül für die Behandlung von Krankheiten in Frage. Beispiel: Ein Herzpatient bekämpft seine Angina pectoris mit Nitroglycerinspray. Aus diesem Mittel wird in seinem Körper NO freigesetzt: Die Herzkranzgefäße erweitern sich, das Engegefühl in der Brust verschwindet.

Wissenschaftler aus Würzburg, Gießen und San Diego fanden jetzt heraus, dass der NO-Rezeptor, die lösliche Guanylylcyclase, keineswegs ein rein lösliches Protein ist, wie man seit mehr als 20 Jahren meinte. Stattdessen ist der Rezeptor in vielen Zellverbänden von Mensch und Tier – etwa in der Blutgefäßwand, im Herzmuskel und in Blutplättchen – zu einem gewissen Teil mit der Zellmembran verbunden.

Dort befindet sich der Rezeptor in unmittelbarer Nachbarschaft zu den Enzymen, die Stickstoffmonoxid pro-

duzieren. Diese räumliche Nähe ist sinnvoll, weil NO die Membran nicht so gerne verlässt und weil es zudem nicht sonderlich stabil ist und schnell zerfällt. Außerdem fanden die Forscher heraus, dass der mit einer Membran verknüpfte Rezeptor viel empfindlicher auf NO reagiert als der lösliche Rezeptor.

Der entsprechende Artikel „Calcium-dependent membrane association sensitizes soluble guanylyl cyclase to nitric oxide“ von Ulrike Zabel, Christoph Kleinschnitz, Oh Phil, Pavel Nedvedsky, Albert Smolenski, Helmut Müller, Petra Kronich, Peter Kugler, Ulrich Walter, Jan E. Schnitzer und Harald H. H. W. Schmidt, erscheint in diesen Tagen in der „Nature Cell Biology“.

■ Neuer Sensor für Stickstoffmonoxid

Leipziger Chemiker haben bei der Erforschung von Metallkomplexverbindungen mit der Synthetisierung einer speziellen Eisen-Nickel-Verbindung eine Substanz gewonnen, mit deren Hilfe Stickstoffmonoxid besser bestimmt werden kann als bisher.

Finanziert von der Deutschen Forschungsgemeinschaft führten Prof. Dr. Lothar Beyer und Prof. Dr. Rainer Richter mit drei Mitarbeitern umfassende Untersuchungen über ferrocenhaltige Ligandenklassen und ihre Mehrkernmetallkomplexe durch.

An einer Nickel- „Schablone“ ordnen sich die ferrocenhaltigen Reaktanten definiert räumlich an und können das Entstehen des gewünschten Nickelkomplexes bewirken. Dieser ist in der Lage, als Sensor für Stickstoffmonoxid zu fungieren. Mit dem Sensor, der patentiert worden ist, erschliesst sich nun ein neuer Weg zur quantitativen, elektrochemischen Bestimmung von NO. Entsprechende Forschungsarbeiten dazu werden in Kooperation an der Madrider Universität durchgeführt.

Neben solchen praktisch bedeutsamen Ergebnissen war es auch mög-



lich, mit der genauen strukturellen Bestimmung einer Vielzahl von Vertretern dieser neuen Verbindungsklasse mittels Röntgenkristallstrukturanalyse detaillierte Vorstellungen zur chemischen Bindung und zum Reaktionsverhalten zu ermitteln.

■ Forschung wird fortgesetzt

Der seit Januar 1998 geförderte Sonderforschungsbereich 535 (Stickstoffmonoxid (NO): Generator- und Effektorsysteme) ist ein interdisziplinärer Forschungsverbund der Fachbereiche Medizin der Johann Wolfgang Goethe-Universität in Frankfurt und der Johannes Gutenberg-Universität in Mainz. Hier kooperieren Wissenschaftler aus den Bereichen Biochemie, Kardiologie, Pharmakologie und Physiologie (Universität Frankfurt) sowie Pharmakologie (Universität Mainz). Im Zentrum der Untersuchungen steht das kleine, gasförmige Biomolekül Stickstoffmonoxid, das von dem Enzym NO-Synthase (NOS) gebildet wird. Dieses Enzym existiert in drei bekannten Isoformen: die neuronale Isoform (nNOS), die induzierbare Isoform (iNOS) und die endotheliale Isoform (eNOS). Der Titel des Sonderforschungsbereichs fasst die beiden grundsätzlichen Forschungsansätze zusammen. Das eine Ziel besteht darin, Mechanismen der Bildung von NO in verschiedenen Zellen, Geweben und Organsystemen zu studieren. Der zweite Forschungsansatz beschäftigt sich mit dem breiten Spektrum der Wirkungen, die von NO ausgehen. Die verschiedenen Fragestellungen werden mit biochemischen, molekularbiologischen, zell- und organphysiologischen, morphologischen und klinischen Methoden bearbeitet. So steht der thematischen Fokussierung eine methodische Breite gegenüber.

Starker Zulauf von jung und alt

Wissenschaft und Technik müssen auf Verständnis in breiten Kreisen der Bevölkerung treffen, um akzeptiert zu werden und unbegründete Ängste zu vermeiden. Sowohl populärwissenschaftliche Veranstaltungen wie auch gezielte Förderungen in Schulen tragen dazu bei. Dies zeigen beispielhaft Veranstaltungen in Heidelberg und in Darmstadt.

Die „Lange Nacht der Museen“ in Heidelberg und Mannheim am 17./18. März war auch die lange Nacht von Vorträgen für unseren Mitherausgeber Prof. Dr. Georg Schwedt. Viermal – bis um Mitternacht – führte er chemische Experimente mit Supermarktprodukten vor.

Der Saal war jeweils bis auf den letzten Platz gefüllt. Mehr als 400 Zuhörern vermittelte Schwedt ohne Formel-Ballast einfache Experimente mit Lebensmitteln, die Auskunft über die Zusammensetzung oder die Aufnahme in den Stoffwechsel des Körpers gaben – oder einfach lustig waren. So lernten die Zuhörer, dass schwarzer Tee die Aufnahme von Eisenpräparaten in den Körper tatsächlich stark behindert, dass aber der Zusatz von Zitronensaft – über die Wirkung des Vitamins C – diesem Effekt entgegenwirkt.

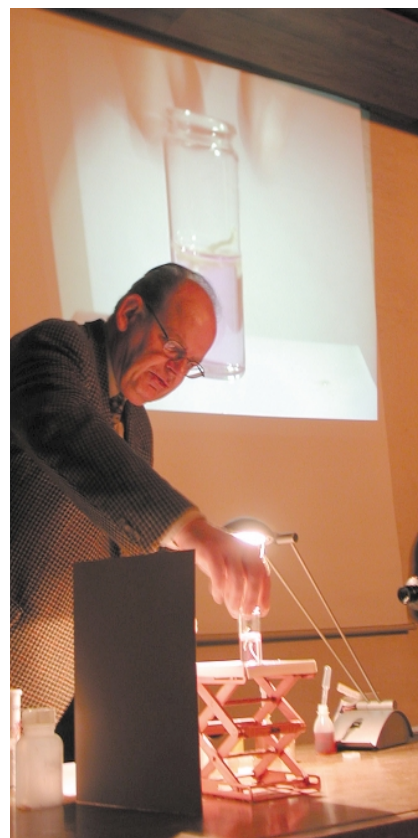
Ebenso vermittelte Schwedt, wie man die verschiedenen Arten von Stärke in Lebensmitteln leicht unterscheiden kann.

Die nächsten Vorträge, die vom Fonds der Chemischen Industrie, dem Stifterverband für die Deutsche Wissenschaft und der Stiftung Niedersachsen gefördert werden, hält Schwedt am 10. April in Braunschweig im Herzog Anton Ulrich-Museum um 20 Uhr über das

Thema „Alchemistische Experimente an Fürstenhöfen“, am 21. April in Schloss

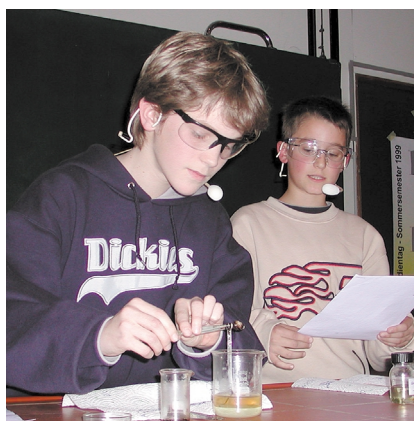
Glinck, Gartensaal, 11 Uhr, mit „Chemischen Experimenten zur

Geschichte von Kaffee, Kakao und Tee“ sowie am 12. Mai in Lüneburg im Salzmuseum (Chemische Experimente rund um das Salz). Die komplette Liste der Vorträge zusammen mit Kurzbeschreibungen dazu sind im Internet unter www.clb.de zu finden.



Mit einfachen Reagenzien wie etwa einer Jod- oder auch Kaliumpermanganatlösung lassen sich beispielsweise Antioxidationsmittel in Fertig-Nudelsuppen nachweisen. Verständlich erläutert hat Georg Schwedt Experimente mit Supermarktprodukten in dem gleichnamigen Buch von Wiley-VCH (ISBN 3-527-30462-2, Preis: 29,90 Euro).

Prof. Dr. Volker Wiskamp mit Teilnehmern des Kurses für hochbegabte Schüler, linkes Foto: Ruth Effinowicz und Timothy Quincey; rechtes Foto: Aljosha Friemann (li.) und Roshan Weiss produzieren Nylon vor dem erstaunten Publikum (Fotos: Kickuth).



Hochbegabte demonstrieren...

„Sehr gut gefallen“ hat Ruth Effinowicz der Kurs für hochbegabte Schüler, erklärte die 16jährige der CLB. Sie hatte von dieser Einrichtung (siehe CLB 02/2002, Seiten 59 und 60) in der Zeitung erfahren und belegte auch den Chemiekurs, weil das Fach sonst in ihrer Schule nicht unterrichtet wird. Ihr 14-jähriger Mitschüler Timothy Quincey wurde durch einen Lehrer auf den Kurs aufmerksam. Eine Psychologin bescheinigte ihm nach einem Test eine Hochbegabung. So konnte auch er an dem Kurs teilnehmen, den er gerne noch einmal machen würde, verriet er der CLB. Beide Schüler und weitere Teilnehmer der Kurse demonstrierten



UMSCHAU

Ende Februar das auch in einem erheblichen Anteil von Eigenarbeit erworbene Wissen in Vorträgen und Versuchen vor staunenden Eltern, Lehrern und Vertretern von Schulbehörden in Darmstadt.

Kursleiter Prof. Dr. Volker Wiskamp bezifferte trotz aller Eigenleistung der Schüler den Aufwand seitens der anleitenden Universitätsprofessoren im Bereich Chemie doch mit dem Viertel einer Professorenstelle. Er freue sich aber darüber, weil somit auch nach außen dringe, dass man sich Sonderbegabungen bei den Schülern annehme. Als ein wichtiges Konzept der Kurse nannte er die selbstständige Arbeit der Schüler. Es gebe relativ viele Hausaufgaben, und Inhalte müssten selbstständig erarbeitet werden. Das finde jedoch bei den Teilnehmern großen Anklang. So hätte ihm Ruth Efinowicz verraten, es sei eins ihrer Schlüsselerlebnisse gewesen, in dem Kurs das erste Mal zu fühlen, etwas nicht auf Anhieb verstanden zu haben. Ein erster Frust habe sich dann aber zu einem Vorzugsinteresse gewandelt.

Nach den Erfolgen der Hochbegabtenförderung in Gymnasien, die notwendig ist, weil Hochbegabung meist nicht ohne Zusatzmotivation mit Hochleistung einhergeht, will man in Hessen bis zum Herbst an 15 Grundschulen entsprechende Förderschwerpunkte einrichten.

Rolf Kickuth

VBTA-Mitgliederversammlung 2002

Die turnusmäßig alle drei Jahre stattfindende Mitgliederversammlung findet in diesem Jahr am Samstag, den 27. April, um 18:30 Uhr am Naturwissenschaftlichen Technikum, Königstr. 18, in Landau/Pfalz statt. Folgende Tagesordnung ist vorgesehen:

1. Berichte der Vorstandschaft
2. Bericht der Kassenprüfer
3. Neuwahl der Vorstandschaft
4. Anpassung der Mitgliedsbeiträge an den Euro
5. Sonstiges

Wir bitten, Anträge zur Tagesordnung schriftlich bis zum 20.4.2002 an den Vorstand zu richten. Bitte nutzen Sie die Möglichkeit, ihre Vorstellungen zur Verbandsarbeit einzubringen, und informieren Sie uns möglichst vorab über Ihre Teilnahme.

Mit freundlichen Grüßen

Thomas Wittling

1. Vorsitzender VBTA

In Erlangen, Mülheim und Krakau:

Neue Erkenntnisse über die Ringprobe

Neue Forschungsergebnisse zeigen: Eisen liegt in dem „Ringproben“-Produkt in einer höheren Oxidationsstufe vor als bislang angenommen

Die „Ringprobe“ ist in der Chemie seit mehr als 200 Jahren bekannt. In Wasser gelöst, bilden Stickstoffmonoxid und Eisen-Ionen eine komplexe Verbindung. So können Salze der Salpetersäure nachgewiesen werden. Dutzende von Lehrbüchern nehmen darauf Bezug, doch ihre Schilderungen sind keineswegs einheitlich. Klarheit über diese Reaktion zu schaffen, ist nun im Arbeitskreis von Professor Rudi van Eldik, Institut für Anorganische Chemie der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, in enger Zusammenarbeit mit zwei Forschungsgruppen aus Krakau (Polen) und Mülheim a. d. Ruhr gelungen.

In detaillierten Untersuchungen wurden die Reaktion und das entstehende Produkt beschrieben und seine Eigenschaften bestimmt. Der Reaktionsmechanismus und die Reaktionsgeschwindigkeit konnten eindeutig aufgeklärt werden. Die elektronische Struktur des Produktes wurde als $[\text{Fe}^{\text{III}}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}]^{2+}$ charakterisiert. Somit ist bewiesen, dass das Eisen in dieser Verbindung in einer höheren Oxidationsstufe vorliegt als ursprünglich angenommen. Aufgrund dieser Arbeit ist es wohl notwendig, eine Vielzahl chemischer Lehrbücher umzuschreiben...

GDCh-Preis für Peter Jutzi

Ausgezeichnete Siliconforschung

Die Gesellschaft Deutscher Chemiker hat am 11. März in Köln Professor Peter Jutzi von der Fakultät für Chemie der Universität Bielefeld mit dem „Alfred-Stock-Gedächtnispreis“ ausgezeichnet.

Der Preis ist zusammen mit dem „Wilhelm-Klemm-Preis“ die höchste Auszeichnung, die die Gesellschaft Deutscher Chemiker für Wissenschaftler aus dem Bereich der Anorganischen Chemie vergibt.

Peter Jutzi, seit 1979 Chemieprofessor an der Universität Bielefeld, ist

einer der führenden Wissenschaftler in der Silicium-Chemie. Er hat bereits mehrere renommierte Forschungspreise zu verzeichnen, darunter der Dozentenpreis des Verbandes der Chemischen Industrie (1976), der Wacker-Silicon-Preis (1987) und der Max Planck-Forschungspreis (1992). Zuletzt erhielt Jutzi von der Amerikanischen Chemischen Gesellschaft in San Francisco den „Frederic Stanley Kipping Award in Silicon Chemistry“. Der Award wird im Zweijahresturnus weltweit vergeben und ging bisher erst an fünf deutsche Wissenschaftler.

Knowledge Browser: InfoZoom

1997 startete die HumanIT – Human Information Technologies GmbH als Spin-Off der GMD-Forschungszentrum Informationstechnik GmbH (Schloß Birlinghoven in St. Augustin) mit vier Mitarbeitern. Im Juli vergangenen Jahres wurde das Unternehmen mit über 30 Mitarbeitern Aktiengesellschaft, und inzwischen gibt es ein Tochterunternehmen in USA. Eine Firma wie diese muss schon erfolgreiche Produkte haben, um eine solche Karriere vorweisen zu können. Das Hauptprodukt InfoZoom® wird inzwischen auf den verschiedensten Rechenanlagen eingesetzt, auch auf Personalcomputern. Der ADAC zum Beispiel nutzt InfoZoom, um im Internet den Autovergleich transparenter zu machen; jeder interessierte CLB-Leser mit Internetanschluss kann die Arbeitsweise von InfoZoom dort kennen lernen.

InfoZoom ist eine Software für die interaktive Visualisierung von Daten. Sie bietet eine Fülle von Funktionen für die Analyse, zum Beispiel Auswahl und Filtern, Zoom-In, Sortierung usw. Selbst komplexe Analysen können ohne Programmieraufwand durchgeführt werden. Die Liste der Zugriffsmöglichkeiten auf Datenquellen ist lang; für den PC sind sicher dBase, Access und Excel die wichtigsten. Es gibt wohl keinen Bereich, in dem InfoZoom nicht eingesetzt werden kann. Im kaufmännischen Bereich werden vom Hersteller der Software zum Beispiel Personalplanung, Personalkostenmanagement und Personalstatistik genannt. Aber es liegen auch Veröffentlichungen aus dem technischen, medizinischen und chemischen Bereich vor.

Simulationen

xyZET ist ein Simulationsprogramm zur Physik, das von Hermann Härtel am Institut für die Pädagogik der Naturwissenschaften in Kiel entwickelt wurde und im Springer-Verlag, Heidelberg, erschienen ist. Es gibt eine Netzwerkversion (ISBN 3-540-14821-3, EUR 134,-) und eine Studentenversion (ISBN 3-540-14820-3, EUR 49,95). Erfreulicherweise wird ein hervorragendes Begleitbuch mitgeliefert. Es trägt den Titel **Physik 3D – Mechanik**. Beides macht Fakten aus der Mechanik besser verständlich.

Bei einer Analyse medizinischer Daten wurden z. B. Korrelationen zwischen den Ergebnissen der Laboruntersuchungen und der diagnostizierten Schwere von Thrombose gesucht. Im Bereich der Bioinformationen wurden tabellarische Daten analysiert, um Proteinstrukturen vorherzusagen zu können.

Für jeden, der InfoZoom zum ersten Mal sieht, ist am auffälligsten, dass diese Software mit Bildern umgehen kann wie ein Browser für Fotos, dabei aber immer alle zugehörigen Daten behält. Abb. 1 zeigt einen Ausschnitt eines Screenshots. Die Abbildungen der Mineralwasserflaschen (insgesamt 31) sind gut zu erkennen. Auf Mausklick lassen sich die Flaschen größer darstellen (Abb. 2). Gleiches ist bei Proteinstrukturen möglich (Abb. 3). Grundsätzlich läßt sich auch hier die Darstellung komprimieren. Da es aber 1407 Strukturen sind, kann man in der komprimierten Darstellung keine Einzelheiten mehr erkennen. Über den Inhalt des Attributs Sequence kann man in diesem Fall von der Festplatte oder aus dem Internet das Programm Rasmol aufrufen, das dann die Proteinstruktur darstellt (Abb. 4). In Rasmol kann schließlich die Proteinstruktur mit gedrückter Maustaste gedreht werden.

InfoZoom kommt auch mit großen Verzeichnissen zurecht. Es gibt ein Beispiel für die Suche in einem Katalog mit 25000 Arzneimitteln.

Wir konnten hier nur einen Bruchteil des Leistungsumfangs von InfoZoom zeigen. Interessenten finden tiefergehende Informationen im Internet: www.humanIT.de.

Tipp

Für das Ausdrucken der Namen der Dateien, z. B. Ihrer Berichte, in einem Ordner gibt es jetzt beim Heise Verlag (www.heise.de) eine Lösung. Laden Sie die Datei Dlg-Tools.Setup herunter und entpacken sie diese Datei. Schieben Sie von den entstehenden Scripten die Datei Dir2Doc.vbs auf den Desktop. Wenn sie nun aus dem verkleinerten Windows-Explorer ein Ordner-Symbol auf das Symbol von Dir2Doc schieben, so wird automatisch eine doc-Datei geschrieben. Es ist Word ab Version 97 erforderlich.



Abbildung 1

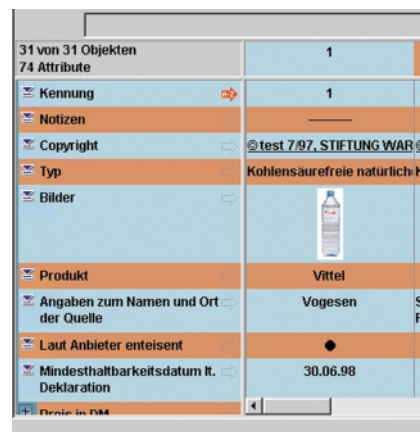


Abbildung 2

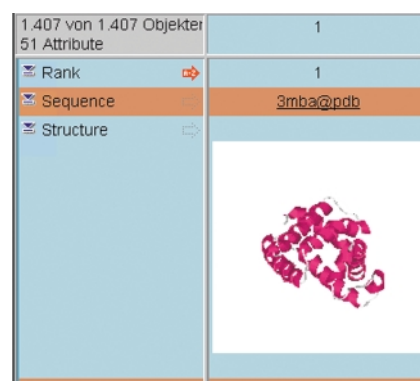


Abbildung 3

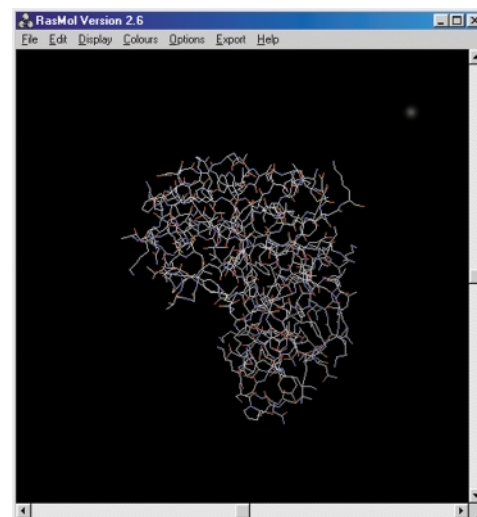


Abbildung 4

Stereochemie

Karl-Heinz Hellwich: **Stereochemie – Grundbegriffe**. X + 102 Seiten mit vielen Strukturformeln. Springer-Verlag, Heidelberg 2002. ISBN 3-540-42347-8. Euro 19, 95.

Dieses von einem Mitglied der IUPAC-Kommission für Nomenklatur der organischen Chemie verfasste Buch wendet sich an Studierende und an in der Praxis stehende Wissenschaftler. Es könnte gut den Titel „Kleines Lexikon der Stereochemie“ tragen, denn die einzelnen Kapitel haben keine Nummern, sondern sind alphabetisch angeordnet, von „Absolute Konfiguration“ bis „Walden-Umkehr“. Dem Leser, der sich mit Hilfe des Buches in die Stereochemie einarbeiten will, fehlt also eine Gliede-

rung, zum Beispiel vom Leichten zum Schwierigen. Da aber wohl nur Leser mit recht guten Kenntnissen in organischer Chemie zu diesem Buch greifen, ist der lexikonähnliche Aufbau kein Nachteil – und man sollte zum Start die beiden einführenden Kapitel lesen.

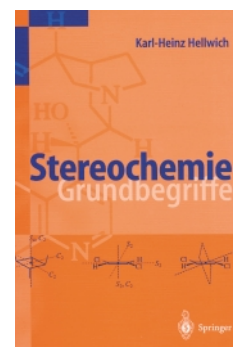
In der kurzen „Einführung“ behandelt der Autor historische Aspekte der Stereochemie und geht an einigen Beispielen aus der heutigen Zeit auf die große Bedeutung der Stereochemie ein. In dem Kapitel „Zeichnerische Darstellung dreidimensionaler Strukturen“ erfährt der Leser die Regeln bzw. Übereinkünfte, die beim Strukturformelzeichnen beachtet werden müssen. Das Kapitel enthält nützliche Anregungen; vielleicht muss bei der einen oder anderen Software für dieses Gebiet die „Automatik“ – sofern möglich

– abgeschaltet werden, um die ideale Strukturformel zeichnen zu können.

In den über 50 Kapiteln kann der Leser dann zum Beispiel nachlesen, was man unter dem anomeren Effekt, dem CIP-System oder Topizität zu verstehen hat; natürlich kommen auch Racemat, Racemtrennung und Racemisierung ebenso wie Fischer- und Hayworth-Projektion vor.

Literaturangaben und ein ausführliches Sachregister runden dieses verständlich geschriebene und sehr empfehlenswerte spezielle Chemielehrbuch ab.

R. Ellmer



Umfassende Hilfe für Laborleiter

Maria-Lucia Oliveira und Elvira Moeller (Hrsg.): **Praxishandbuch Laborleiter**. Nachschlagewerk. Drei Bände im DIN A4-Format, hauptsächlich Loseblattform, ca. 2000 Seiten, mit 2 Disketten und einer CD-ROM. WEKA Fachverlag für Technische Führungskräfte, Augsburg. Etwa Euro 150.

Dass sich der WEKA-Fachverlag jetzt auch um die Laboratorien kümmert, haben CLB-Leser bereits im vergangenen Jahr gemerkt, als auf der Literaturseite das „Qualitätsmanagement-Handbuch für Laboratorien“ und die „Schulungs- und Unterweisungsfolien für das Labor“ vorgestellt wurden. Heute geht es um ein dreibändiges, großformatiges Werk von beachtlichem Gewicht mit einem breit gestreuten Inhalt.

Laborleiter haben eine große Verantwortung, denkt man an die ihnen unterstellten Mitarbeiter, an die Räume, in denen sie arbeiten, und an die Geräte und Materialien, mit denen sie arbeiten. In den vorliegenden drei Bänden ist alles übersichtlich zusammengestellt, was Laborleiter wissen und stets beachten müssen. Wir nennen hier die Kapitelüberschriften:

1. Gesamtverzeichnis
2. Bau u. Ausrüstung eines Labors
3. Labororganisation
4. Projektmanagement
5. Der Laborleiter als Führungskraft
6. Kalkulation u. Kostenkontrolle

7. Datenverarbeitung im Labor
8. Arbeitsschutz u. Arbeitssicherheit
9. Umweltschutz
10. Qualitätssicherung im Labor

Der Laborleiter erhält also umfassende Hilfe auf wohl allen relevanten Gebieten, auch auf solchen, die meistens nicht Gegenstand seiner Ausbildung waren, zum Beispiel Mitarbeiterführung oder Kalkulation.

Es gibt keine durchgehenden Seitenzahlen, denn nur so können neue Blätter eingefügt werden; man muss sich an den Kapitelnummern orientieren. Wem die Ordner 1 und 2 zu voll sind, kann sich mit einem oder zwei neutralen Ordnern und einer neuen Rückenbeschriftung ein leichteres Handling ermöglichen.

Im dritten Ordner findet der Käufer dieses Werkes die „Zugaben“. Da sind zunächst die Fragebögen zum Labormanagement und zu technischen Anforderungen. Sie sind alle nach dem gleichen Schema aufgebaut und enthalten Multiple-Choice- und Warum-Was-Wie-Wann-Fragen; der Beantworter muss

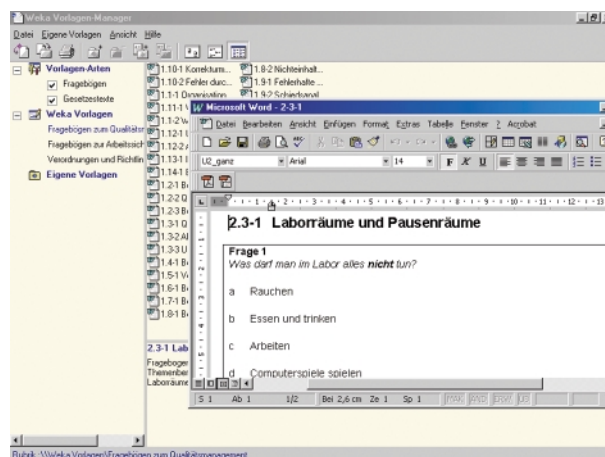
ankreuzen, bei den anderen Fragen frei formulieren. Auf der Rückseite stehen die Antworten. Es ist nicht notwendig, die Bögen zu kopieren, sie befinden sich als doc-Dateien auf der CD-ROM.

Im Band 3 sind auch noch zwei gebundene Broschüren mit Arbeitsanweisungen für das Laboratorium abgeheftet. Sie stammen u. a. aus den Bereichen Probenahme, mikrobiologisches Labor, Bestimmung von Gefahrstoffen, Metallen, Bakterien und Schimmelpilzen in Raumluft und Luft am Arbeitsplatz. Für jede der beiden Broschüren ist eine Diskette mit doc-Dateien beigelegt.

Auf der zum Lieferumfang gehörenden CD findet der Laborleiter neben den erwähnten Fragebögen auch Verordnungen und Richtlinien.

Gemessen an der Fülle des Materials ist das Werk preiswert.

H. R. Wiedmann



Bayer und BASF – enttäuscht aber zuversichtlich

Die Bilanzpressekonferenzen der Chemiegiganten am 13. und 14. März 2002 spiegeln die schwierige wirtschaftliche Situation des vergangenen Jahres wieder. Für das laufende Jahr werden Verbesserungen erwartet, auch wenn noch kein deutlicher Aufschwung sichtbar ist.

■ Bayer bildet Management-Holding

Das abgelaufene Geschäftsjahr 2001 war für Bayer nach Angaben des Vorstandsvorsitzenden Dr. Manfred Schneider „zweifelloso ein Jahr mit Problemen und Herausforderungen, die wir in dieser Form noch nicht erlebt hatten“. Die Arbeitsgebiete Polymere und Chemie hätten besonders unter dem schlechten konjunkturellen Umfeld gelitten. Hinzu seien die Probleme im Pharma-Bereich gekommen. „Es ist der Blick auf eine ernüchternde Bilanz“, sagte Schneider. Der Konzernumsatz sank um zwei Prozent auf 30,3 Milliarden Euro.

Unabhängig von den nicht zu beeinflussenden konjunkturellen Faktoren habe sich Bayer eine Menge vorgenommen. Im Arbeitsgebiet Gesundheit stehe die Suche nach Partnern im Vordergrund. Im Bereich Pflanzenschutz setze man auf eine erfolgreiche Integration von Aventis CropScience. Bei Polymeren wolle der Konzern seine Führungsposition ausbauen, und in der Chemie werde die konsequente Umsetzung der Restrukturierungsmaßnahmen – verbunden mit einer verstärkten Suche nach Kooperationspartnern – mit Priorität verfolgt. Mit Hochdruck werde auch an der Umsetzung der Kostensenkungs-Programme gearbeitet – mit dem Ziel, ab dem Jahr 2005 mindestens 1,8 Milliarden Euro jährlich einzusparen.

Der Bayer-Konzern erwartet im laufenden Jahr eine deutliche Verbesserung des Konzerngewinns – nicht zuletzt durch die Erlöse aus Veräußerungen. Das Jahr 2002 stehe im Zeichen der Umstrukturierung des Konzerns in eine strategische Management-Holding mit rechtlich selbstständigen Tochtergesellschaften. „Diese Aktivitäten haben für

uns im Moment oberste Priorität“, erklärte der Bayer-Chef. „Wir wollen ein neues Bayer schaffen. Einen effizienten, strategischen Verbund operativ selbstständig agierender Unternehmen mit einer mehr denn je an Leistung und Wertschaffung orientierten Managementkultur.“ An der Spitze des Konzerns wird künftig der neue, aus fünf Mitgliedern bestehende Holding-Vorstand stehen. Er entscheidet über Portfolio, Strategie, Budgets und Finanzen sowie die wichtigsten Führungspositionen. Außerdem lege er, so Wenning, die jährlichen Performance-Ziele fest. Unterstützt werde der Holding-Vorstand durch ein Corporate Center mit etwa 400 Mitarbeitern.

Der Hauptversammlung am 26. April wird eine Dividende von 0,90 Euro je Aktie vorgeschlagen. Das entspreche zwar einer Reduzierung um 0,50 Euro im Vergleich zum Vorjahr, sei aber gleichwohl die höchste Ausschüttungsquote in der gesamten Bayer-Geschichte, betonte der Vorstandsvorsitzende. „Damit unterstreichen wir, dass wir im Interesse unserer Aktionäre auch in schwierigen Zeiten weiter auf Dividenden-Kontinuität setzen. Darüber hinaus erwarten wir schon im laufenden Jahr eine erhebliche Verbesserung der Ergebnisse.“

■ BASF positioniert sich für den Aufschwung

Auch bei der BASF zeigte sich 2001 als schwieriges Jahr, in dem trotz hoher Rohstoffpreise und Nachfragerückgangs eine Umsatzsteigerung von über drei Prozent auf 32,5 Milliarden Euro erfolgte. Insgesamt konnten allerdings die Verluste von 118 Millionen Euro nur durch den Verkauf der Pharma-Sparte für 7,5 Milliarden Euro ausgeglichen werden, erläuterte auf der Bilanzpressekonferenz in Ludwigshafen der Vorstandsvorsitzender der BASF AG, Prof. Dr. Jürgen Strube. Mit 1,30 Euro soll die Dividende je Aktie unverändert erhalten bleiben.

Das Projekt „Fit for the Future“ wird weiterhin zur Kostensenkung beitragen. Einsparungen sind vor allem in den Bereichen Kunststoffe und Fasern, Veredelungsprodukte und durch Straffung

von Organisation und Verwaltung aber keinesfalls beim strategisch wichtigen Öl- und Gasgeschäft geplant. „Wenn hohe Rohölpreise die Erträge im Chemiegeschäft schmälern, können wir das Ergebnis der BASF-Gruppe durch den Beitrag unseres Segments Öl und Gas stabilisieren.“ meinte Strube, und plante einen Ölpreis von 17 US-Dollar für das laufende Jahr ein. Mit einem ersten großen Projekt soll das Ferngasnetz um eine Leitung aus Russland über Polen, die Slowakei und Österreich nach Deutschland erweitert werden.

Da im vergangenen Jahr fast alle Regionen der Welt von einer Rezession oder Konjunkturschwäche betroffen waren, verliefen auch die Geschäfte der BASF sowohl in Europa als auch in Nord- und Südamerika enttäuschend. Im Raum Asien/Pazifik konnte der Umsatz hingegen gesteigert werden. Für das laufende Jahr wird kein kräftiger Aufschwung erwartet. Sollte es zu einer wirtschaftlichen Erholung kommen, werde die BASF diese durch die richtige Positionierung und eine starke Produktbasis schnell nutzen, so Strube.

Das über das zunächst sehr vorsichtig eingesetzte Medium Internet abgewickelte Geschäft zeigt inzwischen eine außerordentlich erfreuliche Geschäftsentwicklung. 10 bis 15 Prozent der Geschäfte laufen elektronisch und der Anteil des Ecommerce wird weiter steigen. Insgesamt blickt die BASF zuversichtlich in die Zukunft und will bis zum Eintritt der konjunkturellen Belebung, die allerdings frühestens im zweiten Halbjahr erwartet wird, ihre Leistungsfähigkeit besonders durch selbstständig und flexibel handelnde Mitarbeiter verbessern.

Persönlich engagiert zeigte sich Strube hinsichtlich des von der Bundesregierung, der IG BCE und dem Industrieverband gemeinsam entwickelten Positionspapiers zur europäischen Chemikalienpolitik: „Wenn es meine Zeit erlaubt, werde auch ich in Brüssel auf einer Demonstration mitmarschieren.“ Durch ein komplizierteres Regelwerk wird nicht unbedingt die Sicherheit des Verbrauchers erhöht wohl aber die Wettbewerbsfähigkeit von Unternehmen auf dem Weltmarkt verschlechtert. (siehe CLB 02/2002, Seite 71) MB

SGL Carbon – mittelfristig gestärkt

Mittelfristig gestärkt will SGL Carbon aus dem Konsolidierungsprozess herausgehen, in dem sich Unternehmen der Graphitbranche derzeit befinden. Das konnte man den Worten des Vorstandsvorsitzenden Robert Koehler auf der Bilanzpressekonferenz in Frankfurt entnehmen. Das Wiesbadener Unternehmen selbst sieht er zunehmend gestärkt, da negative Einmalereignisse weitgehend abgearbeitet seien, andererseits der Aufbau des neuen Geschäftsfeldes SGL Technologies bald Früchte trage.

„Wir gehen davon aus, dass dieses Jahr frei von Sondereffekten ist, einen positiven freien Cash-Flow sowie einen positiven Gewinn vor Steuern ausweist“, stellte Koehler daher auch ein Resümee gleich an den Anfang seiner Ausführungen. Die gesamtwirtschaftliche Lage beurteilte er jedoch als sich nur langsam positiv entwickelnd. In den USA stünden – als stärkster Ausdruck der Rezession – ein Drittel der Stahlproduzenten dem Konkurs nahe; die Wirtschaft in Japan sei noch schlechter zu beurteilen, ganz abgesehen von denjenigen in Südamerika. China, Russland und Indien mit ihren Wachstumsdaten müsse man zunächst noch als isolierte Wirtschaftsräume ansehen. Dennoch denkt Koehler, dass SGL auch über die US-Stahlindustrie profitieren könne, weil die Läger leergekauft seien. Ähnlich sehe es in Europa aus, auch wenn man hier gegenüber den USA „neun Monate hinterherdackelt“. Es werde wohl keine großen Mengen abgewehrter Importe geben, wenn die USA ihre Schutzzölle erheben sollten.

Die Erwartungen für dieses Jahr hielt Koehler bewusst niedrig. Einen allgemeinen Wirtschaftsaufschwung sieht er nicht im zweiten Halbjahr 2002. Der Umsatz von SGL Carbon selbst werde etwa wie der von 2001 sein (1,233 Mio. €), auch der Ertrag werde sich kaum verbessern. Da Sonderaufwendungen fortfielen, sei allerdings mit einem positiven Ertrag vor Steuern zu rechnen, wohl im mittleren zweistelligen Millionenbereich (2001: Finanzergebnis - 49 Mio. €, operatives Ergebnis 59 Mio. €).

Zur zukünftigen Lage von SGL Carbon meinte Koehler, Einsparprogramme sowie das Erreichen des Break Even von SGL Technologies brächten allein schon 2003 ein Plus von ca. 30 Millionen Euro in die Kassen.

Dass Koehler effiziente Strukturen einrichten kann, bewies er jetzt mit der Sparte Korrosionsschutz (CP). „Wir haben den Turnaround hier geschafft“, freute er sich, und untermauerte dies mit Zahlen. So habe das operative Geschäft von CP zehn Millionen Euro zum Betriebsergebnis von 13 Millionen Euro beigetragen; der Rest ergebe sich aus Auflösungen eines „Badwill“ durch günstigen Kauf der Keramchemie. Im Jahr 2000 verzeichnete CP noch einen Verlust von einer Million €. Das jetzige Ergebnis entspreche den Vorhersagen. Auch SGL Technologies sieht Koehler als Vorzeigeprojekt an. Man habe den Geschäftsbereich 1998 begründet, und ab 2003 zeichneten sich wohl schwarze Zahlen ab. „Schneller können Sie ein auf industrielle Technologie basierendes Geschäftsfeld nicht aufbauen“, meint Koehler.

Für dieses Jahr strebt der SGL Carbon-Chef im Bereich Korrosionsschutz eine Umsatzrendite von 5 Prozent an.

Mittelfristig soll diese jedoch auf mindestens zehn Prozent steigen, wie dies für die Geschäftsfelder Carbon and Graphite sowie Graphite Specialties schon in diesem Jahr sein soll. Dabei soll ein 5-Punkte-Programm helfen, das u.a. verbesserte Kapitalstrukturen, ein optimiertes Portfolio und spezielle Mitarbeiterschulungen vorsieht.

Die Sparte SGL Technologies wurde bereits verschlankt: Durch den Einsatz neuer Anlagen konnte das Personal dort um 45 Prozent verringert werden. Insgesamt stieg die Mitarbeiterzahl bei SGL Carbon zwar um 115 auf 8197 an, aber nur, weil erstmals der polnische Carbon- und Graphithersteller ZEW mit 836 Mitarbeitern konsolidiert wurde.

Man darf gespannt sein, was in Zukunft „konsolidiert“ wird. Koehler verwies in diesem Zusammenhang auf eigenartige US-amerikanische Praktiken, nach denen Unternehmen ein hohes negatives Eigenkapital ausweisen können, so der Konkurrent UCAR beispielsweise 270 Millionen Dollar. „In Europa müsste man da zum Konkursrichter gehen“, kommentierte der SGL-Chef.

Rolf Kickuth

Nach den Kartellproblemen mit neuem Biss: Robert Koehler und SGL Carbon-Finanzvorstand Dr. Bruno Toniolo wollen nach Möglichkeit schon 2003 10 bis 15 Prozent Umsatzrendite und 15 Prozent Kapitalrendite erreichen. Vielleicht gibt es ja dann wieder eine Dividende, die den Aktionären des Unternehmens auch diesmal versagt bleibt (Foto: Kickuth).



Bilanzen 2001

Bei der **Akzo-Nobel GmbH** stieg der Umsatz um 1 Prozent auf 14,1 Milliarden Euro. Das Nettoergebnis ohne außerordentliches Ergebnis und Sonderposten blieb in 2001 mit 938 Euro um 1 Prozent unter dem des Vorjahres. Es wird vorgeschlagen, eine unveränderte Dividende von 1,20 Euro je Stammaktie auszuschütten.

Der Umsatz der **Celanese AG** fiel um 2 Prozent auf 5,1 Milliarden Euro, das EBITDA um 16 Prozent auf 420 Millionen Euro. Nach Sonderabschreibungen im Einzelabschluss der AG entfällt die Dividende für 2001.

Bei der **Clariant GmbH** bleiben die Umsätze in den jeweiligen Landeswährungen knapp unter denen des Vorjahres. Das EBITDA in 2001 beträgt 1,186 Milliarden Schweizer Franken. Als Dividende wurden 0,30 Schweizer Franken beantragt.

Der Umsatz der **Degussa AG** stieg in 2001 um 1 Prozent auf 12,9 Milliarden Euro. Das EBITA sank um 1 Prozent auf 1,019 Millionen Euro. Als Dividende wurden wie im Vorjahr 1,10 Euro beantragt.

Die **Henkel KGaA** realisierte 2001 mit einem Plus von 2,2 Prozent einen Umsatz von 13,1 Milliarden Euro. Das EBIT wuchs um 27,4 Prozent auf 1,2 Milliarden Euro. Es wird eine Dividende von 1,06 Euro pro Stammaktie und 1,12 Euro je Vorzugsaktie vorgeschlagen.

Mit 12 Prozent Zuwachs erzielte die **Stinnes AG** in 2001 einen Umsatz – bereinigt um das im Jahr 2000 abgegebene Baustoffgeschäft – von 12,3 Milliarden Euro. Das EBIT stieg mit 26 Prozent Plus auf 317 Millionen Euro. Der Hauptversammlung wird eine Dividendenerhöhung von 0,10 Euro auf 0,70 Euro je Aktie vorgeschlagen.

Der Konzernumsatz der **Wella AG** beläuft sich voraussichtlich in 2001 mit einem Zuwachs von 13 Prozent auf 3,2 Milliarden Euro. Weiteres wird auf der Bilanzpressekonferenz am 09. April 2002 in Darmstadt bekanntgegeben.

Echtzeit-PCR als Wachstumsmotor

Der Europamarkt für Nukleinsäure-Testverfahren birgt ein hohes Wachstumspotenzial. Erwirtschaftete die Branche mit ihren Sektoren für Sequencer, Synthesizer und Thermal-Cycler im Jahr 2001 noch Umsätze in Höhe von 442 Millionen US-Dollar, ist bis 2007 eine Volumenverdoppelung auf 884,2 Millionen US-Dollar zu erwarten. Zu diesem Ergebnis kommt die internationale Unternehmensberatung Frost & Sullivan in ihrer neuen Analyse. Als wichtigsten Wachstumsmotor nennt sie die Einführung der Echtzeit-PCR.

Die Echtzeit-PCR-Systeme (PCR, Polymerase Kettenreaktion) sind zwar teurer als traditionelle Instrumente, bieten jedoch gewisse Vorteile gegenüber der quantitativen PCR. Durch die Möglichkeit der Online-Überwachung von PCR-Reaktionen machen sie Post-Analysen überflüssig. Die Ergebnisse sind reproduzierbar, der Prozess läuft voll automatisch ab, und die Quantitation wird vereinfacht.

Für einen Boom der Echtzeit-PCR spricht auch die Tatsache, dass sich für derartige Analysen eine Vielzahl von Anwendungen eignen. Dazu zählen die Genexpression-Messung, der Nachweis von bakterieller und viraler Belastung einer Probe und die Bestimmung von Allelen. Auch bei der Analyse von Genchips soll die Echtzeit-PCR eine zunehmende Rolle spielen, da für die Untersuchung der riesigen Datenmengen innerhalb eines begrenzten Zeitraums Instrumente mit höchster Leistungsfähigkeit erforderlich sind. Frost & Sullivan geht davon aus, dass sich dank der überaus positiven Aussichten

in diesem Wachstumssektor der Wettbewerb zusehends verdichten wird.

Insgesamt profitiert der Europamarkt für Nukleinsäure-Testverfahren vom wachsenden Bedarf der Labors an höherer Durchsatzleistung. Wichtige Impulse gehen auch von der Ausdehnung und Diversifizierung der Endnutzerbasis aus. „Die höchsten Steigerungsraten versprechen die Zielmärkte Diagnostik, Pharma und Biotech,“ meint Annabel Entress, Research Analystin bei Frost & Sullivan. „Weitere Unterstützung erhält die Branche durch umfassende EU-Initiativen zur Unterstützung medizinischer und biotechnischer Forschung, die in den letzten Jahren in den meisten EU-Ländern implementiert wurden.“

„Neue Technologien und Forschungsbestrebungen vor allem im nichtkommerziellen Bereich erfordern finanzielle Unterstützung. Wo solche Initiativen gefördert werden, sind auch erste Erfolge zu verzeichnen,“ so Entress weiter. Dies beweisen die derzeitigen Marktführer Großbritannien, Deutschland und Frankreich, die alleamt entsprechende Regierungsprogramme für die Bioforschung auf den Weg gebracht haben. Skandinavien, Benelux und die Schweiz ziehen nach, während in Spanien und Italien noch um Gelder gerungen wird.

Doch trotz aller positiven Signale seien die Life Sciences nach wie vor nicht ausreichend ausgestattet. Häufig müssen sich Forschungsgruppen aus Kostengründen Instrumente teilen und kommen dadurch nur langsam voran. Damit bleibt die mangelnde Finanzierung das Haupthindernis für ein angemessenes Marktwachstum.

Rubikon
Agentur & Verlag
für Wissenschaft
und Technik

Lutz Krampitz
Anzeigen CLB

Bammentaler Str. 6-8 Tel.: 0203-73851-64
69251 Gaiberg Fax: 0203-73851-65
www.rubikon.de anzeigen@clb.de
Zeitschriften – Broschüren – Korrespondenzen
in Eigenproduktion und Auftragsarbeit
Verständliche Technik im Umfeld Ökonomie & Gesellschaft



Auch Dienstleister investieren zunehmend im Ausland

In der heftigen öffentlichen Diskussion, die die zunehmende Investitionstätigkeit deutscher Unternehmen im Ausland ausgelöst hat, findet die Globalisierung von Dienstleistern bislang wenig Beachtung. Aber auch bei diesen wird ein wachsender Anteil der Mitarbeiter im Ausland beschäftigt.

Wie im Produzierenden Gewerbe steigt auch im Dienstleistungssektor der Grad der Auslandsverflechtung mit der Unternehmensgröße an. Die höchsten Auslandsanteile sind allerdings nicht bei den größten Anbietern zu finden, sondern bei Unternehmen zwischen 10 000 und 50 000 Beschäftigten. Dabei ist die Internationalisierung kein kontinuierlicher Prozess, sondern sie wird durch sprunghaftes Wachstum geprägt. Ursache sind einzelne Transaktionen größerer Unternehmen, durch die eine große Zahl von Mitarbeitern im Ausland übernommen wird. Hohe Betriebsgrößen-

vorteile und der Eintritt mit einer etablierten Marktposition sind hier wichtige Vorteile für den Investor.

Die Befürchtung, dass neue Kommunikationstechnologien die Verlagerung von Dienstleistungsunternehmen an Standorte mit niedrigen Personalkosten fördern, wird durch die vorliegenden Ergebnisse nicht bestätigt. Vielmehr zeigt sich, dass um so stärker auch im Ausland Mitarbeiter beschäftigt werden, je mehr materielle Güter für die Bereitstellung der Dienstleistung eingesetzt werden müssen; ein Beispiel hierfür ist der Handel. Dadurch entstehen Ähnlichkeiten zum Produzierenden Gewerbe. Sofern die Leistung hingegen überwiegend durch persönlichen Kontakt erbracht wird, wie dies z.B. bei beratenden Unternehmen der Fall ist, stehen dem Aufbau ausländischer Tochtergesellschaften hohe Hindernisse entgegen.

Aus den Firmen

Die **Celanese Chemicals Europe GmbH**, Frankfurt, und die **Hatco Corporation** mit Sitz in Fords, New Jersey, haben einen Vertrag zur Gründung eines Gemeinschaftsunternehmens unterschrieben. Die Partner werden eine Anlage zur Herstellung und zum Verkauf von Neo-Polyol-Estern (NPE) am Standort Oberhausen errichten. NPE werden als Basis-Stoffe für Schmierstoffe in Kälteanlagen, im Automobil- und Flugzeugsektor und anderen technischen Anwendungen sowie in Hydraulikflüssigkeiten verwendet.

Mit sieben Sicherheits-Auszeichnungen wurde jetzt die **Messer Griesheim GmbH** von der EIGA (European Industrial Gases Association) bedacht. Damit würdigte die EIGA den vorbildlichen Einsatz und die Leistungen des Krefelder Industriegasunternehmens im Bereich Arbeitssicherheit und Unfallvermeidung.

Die **W. C. Heraeus GmbH & Co. KG**, ein Tochterunternehmen des weltweit tätigen Edelmetall- und Technologiekonzerns Heraeus Holding GmbH erwirbt vom schweizerischen Unaxis-Konzern sämtliche Geschäftsanteile der Hanauer **Unaxis Materials Deutschland GmbH**, die sich auf die Herstellung von Materialien für die Dünnschicht-Technologie ausgerichtet hat.

Der Pumpenhersteller **Lewa Herbert Ott GmbH + Co** feierte im Februar fünfzigjähriges Firmenjubiläum. Lewa und die Ott Holding International erwarten eine weiter positive Entwicklung für die Gruppe.

In einem gemeinsamen Projekt mit der Bundestagsfraktion von **Bündnis 90/Die Grünen** hat die **BASF** ihre Ökoeffizienz-Analyse auf ein konkretes verbrauchernahes Beispiel angewandt. Die Studie „Neuanschaffung oder Wiedernutzung eines Kühlschranks“, die sich auf den gesamten Lebensweg eines Kühlschranks bezieht, wurde vom **Wuppertal-Institut für Klima, Umwelt, Energie** wissenschaftlich begleitet und zeigt, dass es ökoeffizienter ist, einen funktionstüchtigen alten Kühlschrank mit hohem Stromverbrauch durch ein Neugerät der Energieeffizienzklasse A zu ersetzen.

Tarifrunde 2002 BioBeirat

Für zahlreiche Branchen liegen mittlerweile die gewerkschaftlichen Tarifforderungen vor. Fast überall konzentrieren sich die Gewerkschaften auf eine Erhöhung der tariflichen Löhne und Gehälter. Die Forderungen variieren zwischen 4,5 % (Bauhauptgewerbe) und 6,5 % (Metallindustrie und zahlreiche andere Branchen) bei einer Laufzeit von 12 Monaten. Eine entsprechende Übersicht hat das Tarifarchiv des Wirtschafts- und Sozialwissenschaftlichen Instituts in der Hans-Böckler-Stiftung (WSI) jetzt veröffentlicht. Zusatzforderungen beziehen sich u.a. auf Fragen der Beschäftigungssicherung (Banken), Entgeltangleichung Ost (Chemie) und Arbeitszeitverkürzung (Bauhauptgewerbe). In der Metallindustrie geht es um die Einführung einheitlicher Entgelttarifverträge für ArbeiterInnen und Angestellte.

Im Jahr 2000 konnte die Eppendorf AG einen Umsatz von mehr als 258 Millionen € und ein Ergebnis aus gewöhnlicher Geschäftstätigkeit von ca. 27,6 Millionen € erzielen. Im Geschäftsjahr 2001 strebt die Gruppe eine Fortsetzung dieser Entwicklung an. Der Hamburger Biotech-Zulieferer konstituierte einen Wissenschaftlichen Beirat, der das Unternehmen bei der Auswahl und Bewertung strategischer Ziele in Forschung und Entwicklung beraten soll.

Die Mitglieder des Wissenschaftlichen Beirats von Eppendorf sind Wissenschaftler aus den Bereichen Molekular- und Zellbiologie sowie aus der analytischen Biotechnologie. Prof. Rolf D. Schmid (Universität Stuttgart) wird als Sprecher fungieren; Prof. Frieder W. Scheller (Universität Potsdam) sowie Prof. Konrad Beyreuther (Universität Heidelberg) vervollständigen das Team mit ihrer Expertise.

Spektroskopie in Theorie und Praxis

Die Thermo Nicolet GmbH in der die Teilbereiche ThermoARL (früher ARL, Baird, Hilger, Scintag), Thermo-Elemental (früher Unicam, TJA und VG Elemental), ThermoNicolet, ThermoMattson und ThermoSpectraTech zusammengefasst sind, stellte kürzlich im neuen Haus in Neu-Isenburg aktuelle Produkte zur Atom- und Molekülspektroskopie vor. Die möglichen Einsatzgebiete reichen dabei von der traditionsreichen AAS zur Elementanalytik über die Quadrupol ICP-MS zur Spurenanalytik bis hin zu robusten IR-Systemen zur Produktionskontrolle. In eigens zu Demonstrationszwecken eingerichteten Räumen können die Geräte in der Anwendung beobachtet werden.

Das kompakte AAS-Gerät aus der Solaar-Serie arbeitet nach dem altbewährten Prinzip, dass ein Gas in atomarem Zustand Strahlung ganz bestimmter Wellenlänge absorbiert. Bei der Atomisierung der in die Flamme eingebrachten Probe wird diese durch Energie-Emission charakteristisch gefärbt. Dies Phänomen wird zum Beispiel in der Flammenphotometrie genutzt. Sowohl bei der Absorption als auch bei der Emission ist die Intensität des Lichts proportional der Konzentration des zu bestimmenden Bestandteils.



Dr. Hermann Belz demonstriert die Funktionsweise eines Faseroptikanalysators zur Messung von Proben außerhalb des NIR-Gerätes.



Einige Abkürzungen aus dem Bereich der Spektroskopie

AAS	Atomabsorptionsspektrometrie; Atome in der Gasphase absorbieren Licht charakteristischer Wellenlänge	MS	sehr intensive und scharf gebündelte Lichtstrahlen
ATR	Abgeschwächte Totalreflexion	MS	Massenspektrometrie; ein Analysator trennt die ionisierte Probe nach dem Verhältnis von Masse zu Ladung
DCP	Gleichstromplasma (Direct Current Plasma)	NIR	Nahes Infrarot
FT	Fourier Transformation; die zum Beispiel bei der IR-Spektroskopie anwendbare mathematische Methode erzeugt ein verbessertes Auflösungsvermögen	NMR	Kernresonanzspektroskopie (Nuclear Magnetic Resonance); ermittelt zum Beispiel die Struktur komplexer Moleküle durch die Messung des Verhaltens von Elektronen im Magnetfeld
HKL	Hohlkathodenlampe; dient als elementspezifische Strahlungsquelle in der AAS	OE	Optische Emission
ICP	Induktiv gekoppeltes Hochfrequenzplasma (Induced Coupled Plasma)	RD	Röntgendiffraktion
IR	Infrarot; durch Absorption von Lichtenergie im IR-Bereich werden in einem Molekül unterschiedliche mechanische Schwingungen von Atomen oder funktionellen Gruppen angeregt	RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse; ermöglicht Multi-elementanalysen von Feststoffen durch die Messung von charakteristischer Fluoreszenzstrahlung, die beim Bestrahlen mit Röntgenstrahlen auftritt
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation; Laser erzeugen monochromatische,	UV	Ultraviolett

STELLENMARKT

Laborant / Techniker (m/w) gesucht für verantwortungsvolle Position in der Herstellung und Entwicklung von Kosmetika.

VITA Cosmetic GmbH, Gaußstraße 13, 85757 Karlsfeld,
Tel.: 09131 / 37662-0,
e-Mail: bruckner@vita-cosmetic.de

noveonTM

The Speciality Chemicals Innovator[©]

Noveon ist ein führender, weltweit operierender Hersteller von technologisch hochwertigen Spezialchemikalien, die vielfältige Anwendungen im Pharma-, Konsumgüter- und Industriebereich finden. Am Standort Raubling, nahe Rosenheim, produzieren wir Wirkstoffe und Zwischenprodukte für die pharmazeutische Industrie.

Für den Bereich Verfahrensentwicklung suchen wir zum nächstmöglichen Termin

Chemiefacharbeiter und Chemielaboranten (m/w) zur Aufstufung von Laborverfahren im Technikum

Sie übernehmen chemische Synthesen aus dem Labormaßstab und führen auf der Basis von Herstellvorschriften die Aufstufung im Technikum durch. Sie arbeiten dabei in Maßstäben von 100 l bis 2000 l Volumina mit Rührwerksbehältern, Filtern, Zentrifugen und Trocknern in einem modern ausgerüsteten Technikum im Drei-Schichtbetrieb. Nach der erfolgreichen Aufstufung eines Verfahrens betreuen Sie zusammen mit den Kollegen der Produktion die Übertragung in den Produktionsmaßstab.

Dazu benötigen Sie

- Erfahrung in der Bedienung von Batchreaktoren
- Grundkenntnisse und praktische Erfahrung in Organischer Chemie
- analytische Grundkenntnisse wie z.B. einfache Titrations, TV, DC, pH-Messung
- EDV-Kenntnisse zum Bedienen der Anlagen und zur Prozessdatenerfassung
- Kenntnisse in Verfahrens- sowie Meß- und Regeltechnik
- die für die Wirkstoffentwicklung üblichen c-GMP-Kenntnisse.

Sie arbeiten in einer zentralen Stelle mit Bezug zum Labor und zur Produktion an Neuentwicklungen mit häufig wechselnden Anforderungen. Deshalb sollten Sie kommunikativ, aufgeschlossen und praktisch veranlagt sein.

Wenn Sie diese vielseitige Position reizt, senden Sie Ihre Bewerbungsunterlagen bitte an

Noveon Pharma GmbH & Co. KG

Personalabteilung, Rosenheimer Straße 43, 83064 Raubling,
<http://www.noveoninc.com>

Biotechnologie

Schwebende Zellen und Molekül-Spione

Dass ein Messvorgang stets eine Veränderung hervorruft, ist eine lange bekannte Tatsache aus der Physik. Um trotzdem genaue Angaben über Abläufe in Zellen und sogar die Bewegungen einzelner Moleküle machen zu können, unternehmen Wissenschaftler immer abenteuerlichere Ausflüge in die Nanowelt. Dabei haben sie aber stets Beispiele aus der Makrowelt vor Augen.

Mit seiner Berliner Wissenschaftlergruppe an der Humboldt-Universität hat Prof. Günter Fuhr ein Verfahren entwickelt, mit dem einzelne Zellen schonend sortiert, charakterisiert und behandelt werden können. Das Mikrometerkleine Zell-Labor ist ein wichtiges Instrument für die moderne Biotechnologie. Es ermöglicht, die Reaktion einzelner Zellen auf Medikamente oder Schadstoffe zu testen.

„Unser Vorbild ist das Immunsystem“, beschreibt Fuhr seine Forschungsarbeiten. „Es überprüft auf molekularer und zellulärer Ebene beständig Millionen von Zellen und bekämpft ganz gezielt Fremdkörper. Was im Körper funktioniert, muss sich auch außerhalb nutzen lassen.“ Doch technisch nachbauen konnte man ein Prüflabor für Zellen nicht. Für die Entwicklung physiologischer Handhabungssysteme fehlten wesentliche Grundprinzipien und Erfahrungen. Der Grund: Schon der Kontakt mit Pipetten, Objektträgern oder anderen Zellen verändert die Eigenschaften von Zellen. Sie reagieren auf alles, was ihre Oberfläche mit tausenden von molekularen Sensoren erreicht.

Die Zellen belebter Wesen tauschen permanent Informationen miteinander aus. Das ist die Grundvoraussetzung für höhere Lebewesen wie Pflanzen, Tiere und Menschen. Die Signale zwischen den Zellen werden durch chemische Reize, aber auch durch molekularen Kontakt übertragen. So ein Signal kann, je nach Situation, die Zellteilung beeinflussen, eine Immunreaktion der Zelle auslösen, eine Reorganisation der inneren Zellbausteine hervorrufen,

aber auch zu Verletzungen der Zellmembran und zum Zelltod führen.

Was sich für Zellen als nützlich oder sogar überlebenswichtig herausgestellt hat, wurde für Biologen und Mediziner schnell zum Problem: Wie sollten sie Zellen untersuchen, wenn sich deren Eigenschaften bereits durch einfache Berührung verändern? Eine erste Voraussetzung ist die Vermeidung von undefinierten Oberflächenkontakten, denn diese lösen auch eine Vielzahl unkontrollierter Reaktionen aus. Die verbreiteten Pipettentechiken entfallen also.

■ Berührungslose Untersuchungen

Die Grundidee ist einfach: Wenn Zellen so empfindlich auf mechanische Reize reagieren, müssen sie eben berührungslos gehandhabt werden. Ausgangspunkt war die Erkenntnis, dass Zellen relativ unempfindlich gegen hochfrequente, elektromagnetische Felder im Radiowellenbereich sind. Die Wissenschaftler erzeugen Radiowellen in miniaturisierten Elektrodensystemen, die in haarfeine Mikrokanäle integriert sind. Mit Hilfe dieser Felder kann man Zellen in freier Lösung schwebend halten, sie positionieren, drehen, charakterisieren und separieren oder auch in einen sehr exakten Kontakt mit anderen Zellen bringen - ohne dass sie es bemerken, das heißt, ohne dass sie innerhalb der Manipulationszeit reagieren und sich verändern. Die Arbeitsgruppe kann in Zusammenarbeit mit der Industrie solche Mikrosysteme, in die man physiologische Lösungen und Zellen einführen kann, innerhalb von wenigen Monaten für spezifische Kundenwünsche entwickeln.

Gleichzeitig ist Fuhr dabei, noch weitere Funktionen des Immunsystems technisch nachzubilden: das zerstörungsfreie Testen der Zellen. „Vergleichbare physiologische Testverfahren besitzen wir noch nicht“, betont er. Doch dem Philip-Morris-Preisträger ist es gelungen, auch hier einen Weg zu finden. Nach dem Vorbild der Kriminalisten, die Verbrecher aufgrund ihrer Spuren überführen, machten sich die

Forscher auf die Suche nach Spuren der Zellen. Und in der Tat, wenn sich Zellen über eine Oberfläche bewegen, hinterlassen sie feinste Filamente. Es gelang, diese Spuren zu untersuchen und zu bewerten – sie stellen eine Art molekularer Fingerabdruck der Zelle dar. Und schon eröffnen sich weitere interessante Anwendungen zur Entwicklung von Minilabors für Zellen.

■ Grenzflächenanalytik

In Agentenfilmen operieren Spione stets im Dunkeln. Anders an der TU Chemnitz: Hier rüsten Physiker einige wenige Moleküle in regelrechte Scheinwerfer um und schicken sie als winzige Glühwürmchen durch mikroskopisch kleine Welten. In einer aktuellen Untersuchung der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) ist Wissenschaftlern der Chemnitzer Professur für Optische Spektroskopie und Molekülphysik mit Hilfe der Einzelmoleküldetektion ein leuchtender Einblick in bislang unbekannte Phänomene der Nanowelt gelungen: Sie haben herausgefunden, dass flüssige Schichten in nächster Nähe zu Festkörperoberflächen mehr und mehr in einen festen Zustand übergehen.

„Wir haben einfach einem Tropfen Flüssigkeit zugesehen, wie er auf der Oberfläche eines Festkörpers verläuft“, erläutert Dr. Frank Cichos, der als wissenschaftlicher Assistent an der Professur für Optische Spektroskopie und Molekülphysik beschäftigt ist. Dass dabei die Flüssigkeit nicht nur eine, sondern gleich mehrere und nur moleküldicke Schichten übereinander bildet, war den Physikern der TU Chemnitz bereits bekannt. Auch dass die zum Leuchten gebrachten Moleküle ihren Brownschen Bewegungen nachgingen, war alles andere als sensationell. Denn bereits 1827 beobachtete der Botaniker Robert Brown, dass in Wasser aufgelöster Blumenpollen durcheinander wimmelt, anstatt in Ruhe zu verharren. Als Brownsche Bewegungen wird aus diesem Grund der Zickzackkurs beschrieben, den die niemals in Ruhe befindlichen Moleküle durch Flüssigkeiten nehmen.

Nanomotor

Das Molekül Adenosintriphosphat (ATP) ist als universeller Träger chemischer Energie in allen Organismen von zentraler Bedeutung. Produziert wird es von einem außerordentlich effizienten Enzym, der F-ATPase. Der menschliche Körper verbraucht pro Tag etwa 50 kg ATP, bei großer körperlicher Anstrengung sogar bis zu einer Tonne. Wissenschaftlern vom Göttinger Max-Planck-Institut für biophysikalische Chemie ist es jetzt gelungen, einzelne Phasen der in diesem Enzym ablaufenden Umwandlung mechanischer in chemische Energie mit Hilfe aufwändiger Computersimulationen bis ins atomare Detail aufzuklären. Zwei Jahre Rechenzeit eines Großcomputers waren erforderlich, damit man jetzt in einem Videofilm den Nanomotor in Aktion sehen kann.

VDI-Nanoworld

Die Vorsilbe Nano leitet sich aus dem Griechischen ab und bedeutet soviel wie Zwerg und von Zwergen kann man sprechen. Würde man das gesamte Verkehrsnetz Deutschlands auf die Größe eines Fingernagels verkleinern, so entspräche eine Straßenbreite immer noch groben Strukturabmessungen im Nanokosmos. Diese Schlüsseltechnologie des 21. Jahrhunderts verbindet alle naturwissenschaftlichen Bereiche.

Die Produktpalette erweitert sich rasend schnell, von UV-Schutzpräparaten, Mini- und Biochips, neuartigen Pharmaka, funktionellen Oberflächen, bis hin zu selbststrukturierenden Molekülen. Auf der Hannover Messe hat sich in den letzten drei Jahren ein Themenstand über Nanotechnik etabliert.

Als technisch-naturwissenschaftlichen Verein sieht sich der VDI verpflichtet, die wichtigsten Zukunftstechnologien zum Vorteil von Wissenschaft und Gesellschaft aktiv mitzugestalten. Die Nanotechnologie nimmt hier einen entscheidenden Platz als Innovationsmotor für das beginnende Jahrtausend ein. Ziel des Kompetenzfeldes Nanotechnik ist es, der steigenden Zahl der „Nano-Experten“ eine adäquate, fachliche Heimat zu bieten.

Neu allerdings war die Erkenntnis, dass die übereinander lagernden flüssigen Molekül-Schichten umso zähflüssiger, ja fast fest werden, je näher sie sich an der Festkörperoberfläche befinden. Verantwortlich für dieses Phänomen sind laut Cichos die starken Wechselwirkungen, die zwischen der Flüssigkeit und dem Festkörper auftreten. „Die Festkörperatome wirken auf die in der Flüssigkeit befindlichen Moleküle wie ein Magnet.“ Je näher die flüssige Schicht an dem Festkörper lagere, desto stärker die Anziehungskraft auf die Moleküle. Mit anderen Worten heißt das: An der Grenzfläche beginnt der Übergang zwischen „fest“ und „flüssig“ zu verschwimmen.

Aufklärung durch Molekül-Scheinwerfer

Bereits vor fünf Jahren sorgte die Chemnitzer Professur für Optische Spektroskopie und Molekülphysik unter Leitung von Prof. Dr. Christian von Borzyskowski mit ihren Molekül-Spionen erstmals für internationales Aufsehen. Es gelang den Wissenschaftlern, nanometerkleine Fehlstellen in Diamanten als „kleinste Scheinwerfer der Welt“ sichtbar zu machen. Das Verfahren der Einzelmoleküldetektion ist einfach: Indem einzelne Moleküle mit Laserlicht bestrahlt werden, geraten die darin befindlichen Elektronen sprunghaft auf ein höheres Energieniveau. Sie nehmen für kurze Zeit

ein Lichtteilchen, ein so genanntes Quant, auf. Anschließend kehren die Elektronen sofort wieder in ihren Ausgangszustand zurück, indem sie die Lichtteilchen wieder abgeben. Das freigesetzte Licht bringt das Molekül buchstäblich zum Leuchten und macht es selbst für das bloße Auge sichtbar. Unter dem Fluoreszenzmikroskop können die Molekül-Spione auf diese Weise stellvertretend für die Gesamtheit der in einer Flüssigkeit befindlichen Moleküle als helle Punkte verfolgt und analysiert werden. Der Vorteil liegt auf der Hand: Die von Natur aus eingebaute Mini-Sonde sammelt die gewünschten Informationen authentischer als jedes andere Messinstrument, das erst von außen eingebracht werden müsste.

Dass die genaue Kenntnis über die Bewegung einzelner Moleküle bereits heute von enormer Bedeutung ist, zeigt derzeit vor allem die Biotechnologie, die in aktuellen Untersuchungen den Signalwegen oder dem Zellverhalten im menschlichen Körper nachspürt. Aber auch bestimmte technische Fragestellungen werden erst dann beantwortet werden können, wenn das genaue Molekülverhalten erforscht ist – wenn es etwa darum geht, wie Nanopartikel als winzige Datenspeicher genutzt oder Oberflächen optimal mit Flüssigkeiten benetzt werden können – mit Schmiermitteln zum Beispiel.

In-situ-Mikroskopie

Das Institut für Technische Chemie der Universität Hannover ist sehr kleinen Prozessen und Wegen auf der Spur. Mit dem entwickelten Online-Lichtmikroskop können die Forscher biotechnologische Prozesse verfolgen, zum Beispiel bei Hefe und Tierzellen. Die Zellen werden in ein Nährmedium gegeben, und Veränderungen während des Zellwachstums können direkt in diesem beobachtet werden.

Aufwendiges Isolieren der Zellen unterbleibt, Verunreinigungen und Messfehler, die bei der Bestimmung der Prozesse von Hefen oder Zellen bisher außerhalb des Bioreaktors ablaufen, werden vermieden. „Online“,

hier auch In-situ genannt, also direkt in der Nährlösung, können die Forscher Prozesse und Bestandteile messen. Eine vom Institut entwickelte Software ermöglicht, dass die so gewonnenen Daten und Bilder über einen Server und die Anbindung an das Internet mit Experten weltweit diskutiert und analysiert werden können. Für die Entwicklung des In-Situ Mikroskops war eine interdisziplinäre Zusammenarbeit in den Bereichen Bioverfahrenstechnik, Chemie, Optik sowie Informationstechnologie erforderlich. Gerade diese Arbeit an der Schnittstelle innovativer Bereiche macht den Reiz dieses Projektes aus.

Neue Produkte

Mikrowellenbeschleunigte chemische Synthese

Kontinuierliche, ungepulste Mikrowellenstrahlung wird fokussiert auf die Reaktionspartner in der Mono-Mode-Mikrowellenkammer eingestrahlt. Eine gleichmäßige und homogene Mikrowellenenergiedichte ist so gewährleistet. Aufgrund der speziellen, von CEM patentierten geometrischen Bauform der Mono-Mode-Mikrowellenkammer und der damit verbundenen Selbstregulierung des Mikrowelleneintrags kann jedes beliebige Reagenzienvolumen (1, 10 oder 100 ml) eingesetzt werden. Entgegen der üblichen Praxis bei älteren Mono-Mode-Technologien entfällt am Discover ein manuelles „Tuning“ am Mikrowellengerät.



Im Discover können drucklose, klassische Reaktionsbedingungen mit der Leistungsfähigkeit des fokussierten Mikrowelleneintrags kombiniert werden. Dabei können die Standard-Glasbehälter wie z. B. Rundkolben mit einem Volumen von bis zu 125 ml beliebig eingesetzt werden. Typische Aufsätze wie z. B. Rückflusskühler oder Tropftrichter können in gewohnter Weise benutzt werden.

In Ergänzung zu den drucklosen Reaktionsbedingungen können im Discover auch Reaktionen in Druckbehältern bei erhöhten Temperaturen erfolgen. CEM liefert hierfür Druckbehälter mit einem Volumen von 10 ml und einer

Druckbeständigkeit von 35 bar. Die Abdichtung erfolgt über ein Teflonseptum, welches zur Probenentnahme bzw. zur Zugabe von Edukten durchstochen werden kann. Druckreaktionen oberhalb des atmosphärischen Siedepunktes ermöglichen:

- bisher nicht erreichte Aktivierungsenergien durch die Temperaturerhöhung
- Wahl von alternativen Lösemitteln
- Einsatzmöglichkeit von niedrigsiedenden Lösungsmitteln
- Inerte Reaktionsbedingungen

Das Discover verfügt über eine ganze Reihe von Sensor- und Kontrollmechanismen um die Reaktionen sicher, reproduzierbar und kontrolliert ablaufen zu lassen. Je nach Erfordernis können die idealen Sensor- und Kontrolleinrichtungen kundenspezifisch zusammengestellt werden. Wesentliche Reaktionsparameter sind die Echtzeitverfolgung von Druck und Temperatur, das schlagartige Abbrechen von Reaktionen durch spontane Abkühlung, das Kühlen während der Mikrowelleneinwirkung auf die Reaktionspartner sowie das Rühren der Probe.

CEM GmbH
Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9, D-47475 Kamp-Lintfort
Tel.: 0 28 42 - 96 44 24, Fax: 0 28 42 - 96 44 269
www.cem.de

Inverses Mikroskop ECLIPSE TE2000 von Nikon

Angetrieben durch neue Technologien aus Life-Sciences und Digital Imaging wächst die Anwendungsvielfalt für Untersuchungen an lebendem Zell- und Gewebematerial mit inversen Mikroskopen. Für diese Anwendungen stellt Nikon das innovative Mikroskop-System ECLIPSE TE2000 vor. Es bietet optische Höchstleistung, extreme Langzeitstabilität sowie hochgradige Modularität für die Realisierung moderner Anwendungen von heute und morgen.

Die CFI60-Unendlichoptik bietet extra lange Arbeitsabstände mit optischer Höchstleistung für Untersuchungen an Zellen z. B. in „Cell-Factory“-Gefäßen. Zudem stehen hochauflösende Objektive und Kondensoren für Phasenkontrast, DIC und Hoffman Modulation Contrast (HMC) zur Verfügung. Für die Fluoreszenz-Mikroskopie mit Mehrfachmarkierungen können bis zu 6

Filterblöcke in das Reflektor-Karussell montiert werden. Ein Fluoreszenz-ZOOM-Adapter, Nikons „Noise Terminator“ sowie lichtstarke Objektive sorgen für Fluoreszenz-Bilder mit hervorragendem Signal-Rausch-Verhältnis. Für heute bestmögliche Stabilität und Resistenz gegen thermische Einflüsse verwendet Nikon für die Stative eine neue Legierung, sowie das bewährte Kontruktionsprinzip der optischen Bank. Dies garantiert Langzeitstabilität bei Zell-Experimenten im Bereich von 37° C.

Nikon ist erstmalig auch für inverse Mikroskope der Zugang zum Unendlich-Strahlengang zwischen Objektiv und Tubuslinse gelungen: In Sandwich-Anordnung zur Fluoreszenzachse erlaubt dieser Raum die unkomplizierte Integration von zusätzlichen Lasern, Lichtquellen und anderen optischen Komponenten für Anwendungen wie z.B. „Release of caged compounds“, FRAP, Laser-Mikrodissektion, TIRF-Mikroskopie für moderne Anwendungen in der Zellphysiologie bis zur molekularen Pathologie.

Als Zubehör bietet Nikon Temperatur-, Klimakontroll- und Mikroinjektions-Systeme an. Dazu kommen die bekannten Nikon Digitalkameras D1 und Coolpix für klassische Digitalphotographie, sowie die DN100 und DXM1200 für Bildfernübertragung und Digitalphotographie.

Nikon GmbH
Tiefenbroicher Weg 25; D-40472 Düsseldorf
Tel.: 0211 94 14-214, Fax: 0211 94 14-322
e-mail: Anja.Strohmaier@nikon.de



Portables Refraktometer

Egal, ob die Konzentration eines Kühlmittels überprüft oder der Zucker- gehalt in Fruchtsäften gemessen werden soll: das portable Refraktometer REFRACTO zeigt das Resultat der Messung schnell und direkt in der gewünschten Einheit an.



Je nach Anwendung kann zwischen zwei verschiedenen Messarten gewählt werden: Entweder bringt man einen Tropfen der Probe auf die Messzelle oder taucht die Spitze des Messgerätes direkt in die Probe ein. Viele gängige Parameter wie z.B. Brix% oder °Oechsle können direkt angezeigt werden. Für spezielle Applikationen kann eine eigene Berechnungsformel definiert werden. Zudem ist das Gerät in der Lage, die gemessene Brechzahl auf eine Temperatur von z.B. 20°C zu kompensieren. REFRACTO ist optimiert für einfaches Handling vor Ort und im Labor und kann sowohl als Handgerät wie auch als kompaktes Tischgerät eingesetzt werden. Es ist ein Leichtgewicht und bietet durch den Einsatz von Batterien alle Vorteile eines schnurlosen Gerätes. REFRACTO misst die Brechzahl auf 3,5 Stellen genau. Es erlaubt ein problemloses Arbeiten nach GLP. 1100 Messresultate können zusammen mit allen wichtigen Parametern gespeichert und jederzeit via Infrarot-Schnittstelle auf einen Drucker oder Computer übertragen werden.

Mettler-Toledo GmbH
Ockerweg 3, D-35396 Gießen
Tel.: 0641 / 507 300, Fax: 0641 / 507 128
www.portablelab.com

ChemStation Plus für GC, LC, LC/MS, CE, CE/MS

Diese Software von Agilent Technologies Europe enthält ein Zusatzmodul für die Methodvalidierung und verschiedene Verbesserungen der Qualitäts- und Leistungsmerkmale, durch die die Produktivität chemischer und pharmazeutischer Analytiker gesteigert und gleichzeitig die Kosten gesenkt werden.

Bei dem Methodvalidierungspaket der ChemStation Plus-Software handelt es sich um eine vollständig validierte Standard-Softwarelösung, die den Analytiker ohne die übliche Datentransferproblematik im gesamten Methodvalidierungsprozess von der Planung bis zur Präsentation des Abschlussberichts unterstützt.

Das Methodvalidierungspaket unterstützt die Validierung von Analysemethoden, die die Anforderungen der ICH und Pharmakopoe sowie die Vorgaben der US-amerikanischen Lebens- und Arzneimittelbehörde FDA hinsichtlich computergestützter Datenaufzeichnungen und Unterschriften (FDA 21 CFR Part 11) erfüllen. Ferner sorgt es für eine vollautomatische Unterstützung aller über die ChemStation Plus gesteuerten Analysengeräte von Agilent. Auch die Daten, die mit Geräten anderer Hersteller oder anderen Techniken gewonnen wurden, können importiert werden. Ein zusätzliches Modul erlaubt die manuelle Dateneingabe von direkten Geräteergebnissen wie z.B. von Waagen oder pH-Metern. Mit dem Audit-Trail (Rückverfolgbarkeit) wird nicht nur eine Überprüfung der Daten, sondern auch des gesamten Validierungsprozesses ermöglicht.

Ein wichtiges neues Leistungsmerkmal der ChemStation Plus-Software sorgt dafür, dass erweiterte Graphiken wie Chromatogramme und Spektren in den Datenbankbericht mit aufgenommen werden können. Des Weiteren umfasst der Lieferumfang die Version 8 der Datenbank Oracle und die Unterstützung für das Betriebssystem Microsoft Windows 2000.

Agilent Technologies Deutschland GmbH
Elektronische Messtechnik
Herrenberger Straße 140, Geb. 6, D-71034 Böblingen
Tel.: 01805 24-6333*, Fax: 01805 24-6336*
messtechnik_vertrieb@agilent.com

* (0,12 Euro/Min.)

IR-Spektrometer Zubehör: Horizontale ATR-Einheit

Gateway ist eine Mehrfachreflexions-Einheit mit sechs Reflexionen. Die Handhabung ist denkbar einfach, da sie mittels einer kinematischen Montage schnell und ohne Nachjustierung in den Spektrometerprobenraum eingesetzt werden kann. Die Probenhalter besitzen große Handgriffe und werden über zwei Stifte sicher und reproduzierbar auf der optischen Grundeinheit fixiert. Spülgasanschlüsse sind ebenfalls vorhanden. Der gesamte optische Aufbau ermöglicht einen sehr hohen Energie-durchsatz und ist einfach zu justieren. Außerdem sind die ZnSe-Kristalle mit einer Antireflexionsbeschichtung vergütet.



Für weitere Anwendungen stehen eine Vielzahl spezieller Probenhalter zur Auswahl, wie beispielsweise Durchfluss- oder thermostatisierbare Versionen.

LOT-Oriel GmbH & Co. KG
Im Tiefen See 58, D-64293 Darmstadt
Tel. : 06151 / 88060, Fax: 06151 / 896667
eMail info@lot-oriel.de

Chromatographische Reinigung

Die neueste Entwicklung der Isco Inc. ist das Retrieve System – kompakt und anwenderfreundlich.



Es hat auf jedem Labortisch Platz und passt in jedes Budget. Die Bedienung ist einfach. Das System arbeitet zuverlässig und effizient. Eine hervorragende Trennleistung wird durch Vorkonditionieren der Trennsäule gewährleistet. Hohe Flexibilität bezüglich der Probenmengen (10 mg bis 10 g) und Probenarten (flüssig oder zähflüssig) zeichnen dieses System besonders aus. Die ventillose Pumpe fördert isokratische Lösungsmittelgemische bei Flussraten von 5 - 99 ml/min und schaltet automatisch ab, sobald der Fraktionensammler die letzte Position (116 Reagenzgläser) erreicht hat. Die Probenaufgabe erfolgt über ein Injektionsventil oder leere Kartuschen, die Fraktionierung wird zeitgesteuert. Dem Anwender stehen verschiedene Optionen bei Gestellen für den Fraktionensammler wie auch Trennsäulen (RediSep Kartuschen) mit Luer Lock verschraubungen zur Verfügung.

Axel Semrau GmbH & Co
Stefansbecke 42, D-45549 Sprockhövel
Tel.: 02339 12090, Fax: 02339 6030
info@axelsemrau.de, www.axelsemrau.de

Schlauchpumpen für Forschung und Labor

Speziell für den Bereich Forschung und Entwicklung stellt WatsonMarlow zur ANALYTICA die neue Pumpenserie 400 vor. Hierbei handelt es sich um kompakte ein- und mehrkanalige stapelbare Schlauchpumpen mit Aluminiumgehäusen für hochpräzise und nahezu pulsationsfreie Förderaufgaben.

Die verschiedenen Ausführungen decken einen weiten Anwendungsbe- reich für Fördermengen ab 1 µl/min ab. Dafür stehen Schläuche aus sieben verschiedenen Materialien und mit unterschiedlichen Innendurchmessern zur Verfügung. Die Drehzahl ist je nach Modell analog, digital oder extern einstellbar. Rotoren mit bis zu zehn Edelstahlrollen sorgen für niedrige Pulsation und reproduzierbare Fördermengen. Die meisten Modelle haben lange Schlauchstandzeiten, was die Fördergenauigkeit bei Drücken bis zu 2 bar erhöht.

Hauptsächlich für Anwendungen im Labor- und Forschungsbereich entwickelte Watson-Marlow unter dem Einsatz neuester technischer Verfahren die Schlauchpumpen-Serie 323. Vier völlig neu konzipierte Antriebe lassen sich mit fünf Pumpenköpfen für Fördermengen von wenigen µl/min bis 2,2 l/min beliebig kombinieren. Ein einzelner Antrieb nimmt bis zu sechs Einzelpumpenköpfe oder zwei Fünfkana- lköpfe auf. Dabei ist eine Kombination unterschiedlicher Versionen möglich.

Herzstück der neuen Serie 323 ist ein „hochintelligenter“ Mikroprozessor. Wartungsfreie Motoren, extrem leise Getriebe, fortschrittliche Steuerungen sowie digitale, analoge und serielle Ansteuerungsmöglichkeiten sind weitere Merkmale. Die stabilen Gehäuse verfügen über hygienisch einwandfreie Oberflächen und sind gegenüber Chemikalien beständig.

Watson-Marlow Pumpen GmbH
Mühlenweg 7, D-Rommerskirchen
Tel.: 02183 / 42040, Fax: 02183 / 82592
www.watson-marlow.de

Micromanipulator PatchMan NP 2

Der neue Eppendorf Micromanipulator PatchMan NP 2 ist speziell für den Einsatz in der Elektrophysiologie entwickelt worden und besticht durch

seine einfache Bedienung. Er ist das richtige Gerät für elektrophysiologische Messungen an Zellen und Membranstücken, aber auch als universeller Mikromanipulator für zahlreiche weitere Applikationen im biologischen Bereich einsetzbar.

Der PatchMan NP 2 ist für die schonende Platzierung von Messelektroden auf und in der Zelle ausgelegt. Die elektronische Arretierung der Kapillare ermöglicht driftfreies Arbeiten über mehrere Stunden. Zusätzlich lässt sich der Joystick gegen unbeabsichtigte Berührungen inaktivieren. Weitere Besonderheiten des PatchMan NP 2 sind die wahlweise reine Abwärtsbewegung, der schnelle Elektrodenwechsel durch Abspeichern der Arbeitsposition sowie die automatisierte Home-Funktion. Die direkte Befestigung der Modulinheit an alle gängigen inversen Mikroskope, wahlweise links oder rechts, über einen entsprechenden Adapter und das separate Steuerpult verhindern Schwingungen und Vibrationen. Die Adaption an aufrechte Mikroskope erfolgt über den Eppendorf Universalständer. Die externe Ansteuerung über die RS 232 Schnittstelle über eine einfache Kommandostruktur ermöglicht die Integration des PatchMan NP 2 in Systemlösungen.

Eppendorf AG
D-22331 Hamburg
Tel.: 040 538010, Fax: 040 53801556
eppendorf@eppendorf.com, www.eppendorf.com

Fisher Katalog 2002/03

Auf über 1200 Seiten präsentiert sich ein vollkommen überarbeitetes Werk. Wenn Sie einer der Ersten sein möchten, der den Katalog 2002/03 druckfrisch in den Händen hält, dann senden Sie noch heute ein Fax mit Ihrer kompletten Anschrift an 01805-258223 und reservieren Sie sich Ihr persönliches Exemplar. Oder gebrauchen Sie das Bestellformular auf der Homepage www.de.fishersci.com. Übrigens: unter allen Vorbestellern wird eine hochwertige Kodak Digitalkamera verlost.

Fisher Scientific GmbH
Im Heiligen Feld 17, 58239 Schwerte
Tel.: 02304-932-5, Fax: 02304-932-950
www.de.fishersci.com

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. (05 64 41) 77 88
Fax (05 64 42) 41 21

Aräometer

Amarell GmbH & Co KG
97889 Kreuzwertheim
Postfach 1280
Tel. (093 42) 92 83-0
Fax (093 42) 398 60



Leo Kübler GmbH
Stephaniestr. 42/44, 76133 Karlsruhe
Tel. (07 21) 22491, Fax (07 21) 279 03

Arbeitsschutzartikel



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
76161 Karlsruhe
Tel. (07 21) 5 60 60

Bimssteingranulate und -mehle



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

BSB-Bestimmung

WTW, Weilheim
Tel. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

Chemikalien



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
76161 Karlsruhe
Tel. (07 21) 5 60 60

Chemiesoftware für Personal Computer

Umschau Software
UMSCHAU ZEITSCHRIFTEN-VERLAG
Breidenstein GmbH
Stuttgarter Straße 18-24
60329 Frankfurt/M.
Tel. (0 69) 2 600-6 80

Deuteriumlampen



0 61 51/88 06-0
Fax 0 61 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

Dewar-Gefäße aus Glas und Metall



Karlsruher Glastechnisches Werk
Gablonzerstraße 6, 76185 Karlsruhe
Tel. (07 21) 9 58 97-0, Fax 9 58 97-77

Dichtungsscheiben aus Gummi mit aufvulkanisierter PTFE-Folie

GUMMI-WÖHLEKE GmbH
Siemensstr. 25, 31135 Hildesheim
Teletex: 5 121 845 GUMWOE
Tel. (0 51 21) 78 25-0

Dilutoren/Dispensoren

Zinsser Analytic GmbH
60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

Dosierpumpen

LEWA Herbert Ott GmbH + Co.
Postfach 15 63, D-71226 Leonberg
Tel. (0 71 52) 14-0
Fax (0 71 52) 14-13 03
E-mail: lewa@lewa.de,
http://www.lewa.de

Flüssigkeitschromatographie/HPLC

Dr. Knauer GmbH,
HPLC · SMB · CombiChrom · Osmometer
Tel. (0 30) 8 09 72 70
Fax (0 30) 8 01 50 10
Internet: www.knauer.net
e-Mail: info@knauer.net

FTIR-Spektrometer-Zubehör



0 61 51/88 06-0
Fax 0 61 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

Gefahrgutberatung

Dr. Reinschmidt-Gefahrgutberatung
Sachkundelehrgänge nach § 5 ChemVerbotsV
Tel.: 0 72 44/70 64 39, Fax: 70 64 40
http://www.online.de/home/reinschmidt

Gefriertrockner

Zirbus technology
37539 Bad Grund
Telefon (0 53 27) 83 80-0, Fax -80
Internet: http://www.zirbus.de

Gefriertrocknungsanlagen



Martin Christ GmbH
Postfach 17 13
37507 Osterode/Harz
Tel. (0 55 22) 50 07-0
Telefax (0 55 22) 50 07 12



STERIS GmbH
Kalscheurener Str. 92
D-50354 Hürth/Germany
Tel. (0 22 33) 69 99-0
Fax (0 22 33) 69 99-10

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. (0 95 61) 6 29 05
Fax (0 95 61) 5 33 93

Hohlkathodenlampen



0 61 51/88 06-0
Fax 0 61 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

HPLC-Lösungsmittel

Zinsser Analytic GmbH
60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

Kühlgeräte

MTW, 97078 Würzburg, (09 31) 2 99 03-47

Küvetten

HELLMA GMBH & CO. KG
Postfach 11 63
79371 Müllheim
Tel. (0 76 31) 1 82-0
Fax (0 76 31) 1 35 46
www.hellma-worldwide.com
aus Glas, Spezialgläser, Quarzgläser

STARNA GmbH, Postfach 1206
64311 Pfungstadt, Tel. 06157/ 28 13
Fax 85564, Internet: www.starna.de

Laboratoriumsmühlen

Pallmann Maschinenfabrik
Postfach 16 52, 66466 Zweibrücken
Tel. (0 63 32) 8 02-0
Fax (0 63 32) 8 02-1 06

Laborchemikalien



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
76161 Karlsruhe
Tel. (07 21) 5 60 60

Laboreinrichtungen

Köttermann GmbH & Co KG
Industriestraße 2-10
31311 Uetze/Hänigsen
Tel. 05147/976-0, Fax 976-844
http://www.koettermann.com

PRUTSCHER
Laboriumseinrichtungen GmbH
Badstraße 2, 81379 München
Tel. (089) 74 21 35-0, Fax 74 21 35-10
http://www.pruitscher.at

WALDNER Laboreinrichtungen
GmbH & Co. KG
Haidösch 1, 88239 Wangen,
Tel. (0 75 22) 9 86-480, Fax 986-418
www.waldner.de, labor@waldner.de

Wesemann GmbH & Co.
Postfach 1461, D-28848 Syke
Tel.: (0 42 42) 5 49-0, Fax: 5 94-39
http://www.wesemann.com

wrt Laborbau GmbH & Co KG
Postfach 15 55
48696 Stadthorn
Tel. 02563/919-0, Fax 919-100

Laborhilfsmittel



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
76161 Karlsruhe
Tel. (07 21) 5 60 60

Laboröfen

Nabertherm, Bahnhofstraße 20
28865 Lilienthal/Bremen
Tel. (0 42 98) 922-0, Fax (0 42 98) 922-129

LABOR-Schläuche und -Stopfen aus Gummi

GUMMI-WÖHLEKE GmbH
Postfach 10 05 41, 31105 Hildesheim
Teletex: 5 121 845 GUMWOE
Tel. (0 51 21) 5 60 46

Laborzentrifugen, Kühlzentrifugen



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



Sigma Laborzentrifugen GmbH
Postfach 17 13
37507 Osterode/Harz
Tel. (055 22) 50 07-0
Fax (055 22) 50 07 12

Leitfähigkeits-Messgeräte



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

Knick, 14163 Berlin
Tel. (030) 80 01-0, FS 18 45 29

Leitfähigkeitsmessung

WTW, Weilheim
Tel. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

Mahlanlagen

Pallmann Maschinenfabrik
Postfach 16 52, 66466 Zweibrücken
Tel. (063 32) 8 02-0
Fax (063 32) 8 02-1 06

Mikroskope



Labor- und Routine- Mikroskope Stereolupen und Stereomikroskope

Helmut Hund GmbH
Postfach 1669 · 35526 Wetzlar
Telefon: (0 64 41) 20 04-0
Telefax: (0 64 41) 20 04-44

OLYMPUS OPTICAL CO.
(EUROPA) GMBH,
Produktgruppe Mikroskope
Wendenstraße 14-18
20097 Hamburg
Tel.: 040/237730, Fax:
040/230817e-mail: microscopy@
olympus-europa.com

Optische Tauchsonden

HELLMA GMBH & CO. KG
Postfach 11 63
79371 Müllheim
Tel. (0 76 31) 1 82-0
Fax (0 76 31) 1 35 46
www.hellma-worldwide.com
aus Glas, Spezialgläser, Quarzgläser

Osmometer

GONOTEC GMBH
Eisenacher Str. 56, 10823 Berlin
Tel. (030) 7 84 60 27, Fax (030) 7 88 12 01
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



0 61 51/88 06-0
Fax 0 61 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

pH/Redox-ISE-Messung

WTW, Weilheim
Tel. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

pH-Messgeräte



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

Photometr. Wasseranalyse Geräte und Testsätze

WTW, Weilheim
Tel. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

Polarimeter

Leo Kübler GmbH
Stephanienstr. 42/44, 76133 Karlsruhe
Tel. (07 21) 2 24 91, Fax (07 21) 2 79 03



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



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

Probenfläschchen aus Glas und Kunststoff

Zinsser Analytic GmbH
60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

Refraktometer

Leo Kübler GmbH
Stephanienstr. 42/44, 76133 Karlsruhe
Tel. (07 21) 2 24 91, Fax (07 21) 2 79 03



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

Reinigungsmittel für Laborglas



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
76161 Karlsruhe
Tel. (07 21) 5 60 60

Sauerstoff-Messgeräte



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

WTW, Weilheim
Tel. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

Spektralphotometer, UV-VIS



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

Sterilisatoren

Zirbus technology
37539 Bad Grund
Telefon (053 27) 8380-0, Fax -80
Internet: http://www.zirbus.de

Szintillatoren

Zinsser Analytic GmbH
60489 Frankfurt, Eschborner Landstr. 135

Temperatur-Messgeräte

Amarell GmbH & Co KG
97889 Kreuzwertheim
Postfach 12 80
Tel. (093 42) 92 83-0
Fax (093 42) 3 98 60

Knick, 14163 Berlin
Tel. (030) 80 01-0, FS 18 45 29



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. (08 81) 1 83-0, Fax 6 25 39

Thermometer

Amarell GmbH & Co KG
97889 Kreuzwertheim
Postfach 12 80
Tel. (093 42) 92 83-0
Fax (093 42) 3 98 60



Tiefsttemperaturmessung

Cryophysics GmbH
Dolivostraße 9, 64293 Darmstadt
Tel. (061 51) 81 57-0, Fax 81 57-99
E-Mail: cryophysics_de@compuserve.com

Trifluoressigsäure und Derivate

Solvay Fluor und Derivate GmbH
Postfach 2 20
30002 Hannover
Tel. (05 11) 8 57-0
Fax (05 11) 28 21 26
Web: http://www.solvay.com/de

Vakuumkonzentratoren



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

Zirbus technology
37539 Bad Grund
Telefon (053 27) 8380-0, Fax -80
Internet: http://www.zirbus.de

Wasserdestillierapparate

Ges. f. Labortechnik mbH
Postfach 11 52
30927 Burgwedel
Tel. (051 39) 99 58-0
Fax (051 39) 99 58-21
Info@GFL.de
www.GFL.de

Zentrifugen

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



Sehr geehrte Autorin,
sehr geehrter Autor,
sehr geehrtes Unternehmen,
hier einige

Hinweise für die Formatierung elektronischer Daten.

Lieferung von Texten

Texte können als Word-Dateien, im RTF- oder ASCII-Format geliefert werden. Wünschenswert (bei ASCII notwendig) ist die zusätzliche Lieferung als Ausdruck, um ggf. Konvertierungsfehler zwischen verschiedenen Programmversionen oder Betriebssystemen erkennen zu können. Bitte keine Abbildungen in Word einbinden bzw. eingebundene Abbildungen zusätzlich als Files liefern, um eine ausreichende Auflösung zu erreichen.

Lieferung von Abbildungen

Die bevorzugten Abbildungsformate sind EPS für Vektorgrafiken und TIFF für Halbtonabbildungen (Fotos). Für letztgenannte sind auch JPEG-Files möglich. JPEG-Files können leichte Farbabweichungen

aufweisen. Auch PDF-Files mit hochaufgelösten Daten lassen sich verwenden.

Der Umfang eines zweispaltig geplanten Farbbildes sollte ca. 2 – 3 MB umfassen, Graustufenbilder dieser Größe ca. 500 KB; EPS-Dateien sind meist noch kleiner. Gute Abbildungsergebnisse erzielen Halbtonabbildungen bei einer Scanauflösung von 300 dpi, Strichabbildungen bei einer solchen von 800 dpi.

Versenden Sie die Daten bitte auf Diskette, CD-ROM oder per E-mail an die im Impressum angegebenen Adressen.

Für **Anzeigekunden** besteht die Möglichkeit, Daten über ISDN per Leonardo-Protokoll zu senden; wir bitten um telefonische Anmeldung.

Zur Korrektur versenden wir bevorzugt PDF-Files. Sollten Sie **Interesse an Sonderdrucken** haben, teilen Sie uns dies bitte bei der Korrektur Ihres Artikels mit. Sonderdrucke nach Drucklegung der entsprechenden CLB-Ausgabe können nur mit einem Kostenaufschlag geliefert werden.

Sehr geehrte Abonnenten,

für Sie steht der Jahrgang 2001 der CLB jetzt auf Wunsch auch als CD-ROM zur Verfügung. Die einzelnen Ausgaben sind dort als PDF-Files abgespeichert.

Die CD ist über den Verlag zu beziehen und kostet 19 Euro einschließlich Versand und MWSt.

Bitte senden Sie einfach diese Seite als Fax zurück.

○ Bitte senden Sie mir die Ausgaben der CLB des Jahrgangs 2001 als PDF-Files auf CD-ROM für 19 Euro incl. MWSt. und Versand.

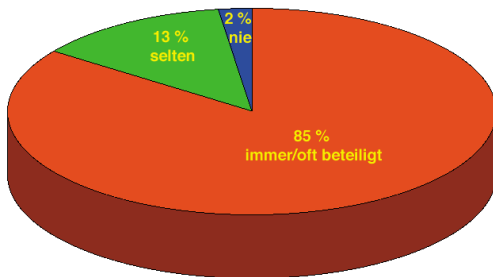
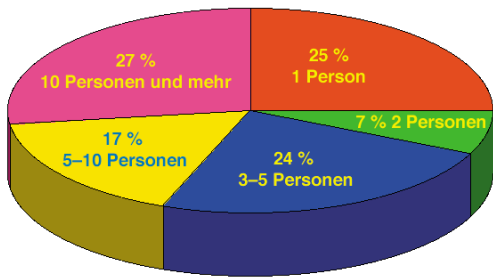
Datum

Unterschrift

**Zusatzinfos zur
CLB im Netz:
www.clb.de**

CLB

vermittelt Wissen
konzentriert Monat für Monat
aus Analytik, Biochemie und Technik
als abonentenstärkste
Chemiezeitschrift
Deutschlands.*



Die CLB wird gerne und viel gelesen (im Durchschnitt von 4 – 5 Lesern pro Ausgabe). Unsere Leser sind hoch qualifiziert. Fast alle sind bei Entscheidungen über Neuanschaffungen im Betrieb beteiligt.

*von ivw-registrierten Zeitschriften laut ivw-Auflagenliste 3/2001 in der Kategorie Fachzeitschriften: Wissenschaftliche Zeitschriften (09), außer Mitgliedszeitschriften wissenschaftlicher Gesellschaften.

Für nur 70,50 € pro Jahr (incl. 7 % MWSt., zzgl. Versandkosten) erhalten Sie regelmäßig die CLB mit dem MEMORY-Teil. Damit sind Sie ständig informiert über aktuelle Entwicklungen in der Chemie, können diese mit der präsenten Kenntnis der Grundlagen klassifizieren, bewerten und nutzen!

FAX-Hotline: 06223-9707-41

CLB

ABO-BESTELLCOUPON

- JA, ich möchte die CLB abonnieren. Ich erhalte die CLB zunächst für ein Jahr (=12 Ausgaben) zum Preis von 70,50 € zzgl. Versandkosten (Inland: 11,70 €, Ausland: 21,20 €). Das Abonnement verlängert sich automatisch um ein weiteres Jahr, wenn es nicht bis acht Wochen vor Ende des Bezugsjahres gekündigt wird.

X

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 rechtzeitige Absendung des Widerrufs. Gesehen, gelesen, unterschrieben. Ich bestätige die Kenntnisnahme des Widerrufsrechts durch meine 2. Unterschrift.

X

Name/Vorname

Straße/Postfach

Land/PLZ/Ort