

CLB

Chemie in Labor und Biotechnik

Analytik

Biotechnik

Optimierte Prozesse

Komplexe Materialien

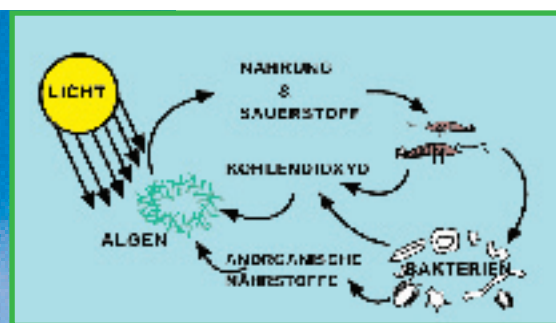
Maßgeschneiderte Moleküle

Menschen und Chemie

Aus- und Weiterbildung



- Pigmentalterung und Gemäldeanalyse
- Emissionsspektrometrie in der Metallurgie
- Dopinganalytik
- Synthese von Enantiomeren



Oben: Prinzip des Stoffkreislaufs in einer Ecosphere.

Links: Produktformen und -größen käuflicher Ecospheren.

Wie Sie Ihre Ecosphere bekommen: Siehe Umschlagseite 3 und Rückseite dieser CLB!

Ein Ökosystem zum Anfassen, mit Tieren und Pflanzen – im Gleichgewicht und völlig von Glas umschlossen!

Hellrote kleine Garnelen, Mikroorganismen und Algen leben gemeinsam in klarem Wasser mit Meerwasser-ähnlicher Salzzusammensetzung und -konzentration. Das Besondere: Sie sind vollständig von Glas umschlossen; es findet kein Gas- oder anderer Stoffaustausch mit der Umwelt außerhalb des Glases statt! Triebfeder für das Leben im Glas ist einzig das eingestrahlte Licht.

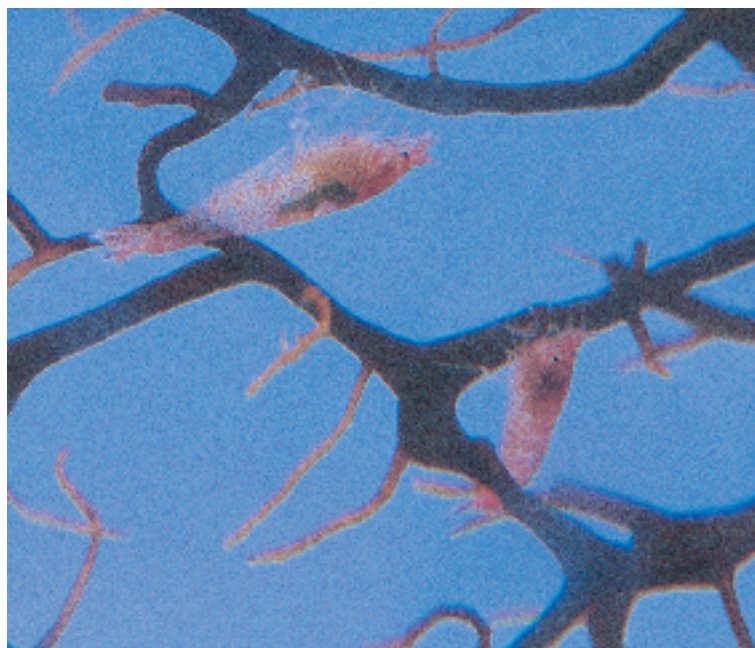
Die ursprüngliche Entwicklung solcher „Ecospheren“ ging von der NASA aus. 2001 schickte man ein Exemplar sogar auf die Internationale Raumstation ISS. Ziel der Forschungen ist die Untersuchung abgeschlossener Lebensräume.

Die grundsätzliche Funktion einer Ecosphere ist leicht beschrieben: Winzige Algen, zum Teil an einem kleinen Fächer getrockneter Gorgonien, erzeugen aus Kohlendioxid – gelöst im Wasser – Sauerstoff. Dazu benötigen sie Lichtenergie. Die Garnelen atmen den Sauerstoff und fressen an den Algen sowie Teile der im Wasser befindlichen Bakterien. Diese wiederum formen die tierischen Abfallstoffe in Nährstoffe für die Algen um. Ebenso erzeugen Garnelen und Bakterien Kohlendioxid für die pflanzlichen Lebensformen...

Das Geheimnis der Funktion solch einer Ecosphere, deren Garnelen typischerweise zwei Jahre lang leben, die aber auch bis zu zehn Jahren alt werden können, liegt jedoch im Detail. So galt es beispielsweise, Garnelen zu finden, die sich nicht gegenseitig fressen. Auch jeder Besitzer einer Ecosphere muss das Gleich-

gewicht des Lebens im Auge behalten. So führt zuviel Licht zu starkem Algenwachstum – und darüber zu für die Garnelen unverträglichen pH-Werten im Wasser. Ebenso ist eine möglichst gleichmäßige Raumtemperatur nötig. Und direktes Sonnenlicht führt zu einem tödlichen Treibhauseffekt in der Miniwelt.

Die Minigarnelen, die ca. 1 cm lang sind, fressen Algen und Bakterien, die sich an Gorgonienfächern festhalten.



Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

Zusammenhänge zu erfassen ist entscheidend in der interdisziplinären Wissenschaftslandschaft wie in globaler Ökonomie und Ökologie. Während die Vermittlung solcher Zusammenhänge erst nach und nach in den Bildungseinrichtungen Einzug hält – etwa durch neue Studiengänge, bringt die CLB monatlich entsprechende Informationen. Dazu trägt einerseits der interdisziplinäre Charakter des Schwerpunkt Analytik bei; andererseits sieht die CLB immer wieder „über den Tellerrand“ hinaus.

So habe ich ein Unternehmen besucht, das jetzt seinen 150. Geburtstag feierte. Ein kurzer Bericht über die Chemie-Anwender SIG (S. 165) zeigt, welche Strategie man über diese lange Zeit verfolgte. Im Wirtschaftsteil der CLB (S. 190 und 191) zeigen Studien auf, wie es die Chemiebranche in Europa schafft, sich negativen Trends zu entziehen.

CLB-Herausgeber Prof. Koch und Dr. Flock (S. 168 – 173) zeigen in ihrem Artikel über die Emissionsspektrometrie in der Metallurgie die Verknüpfung analytischer Methodik mit den Fortschritten in der metallurgischen Verfahrenstechnik auf.

Ebenfalls ein Zusammenspiel zeigt der Artikel von Dr. Uta Neubauer (S. 174 – 179). Dabei geht es um Analytik von Gemälden. Zusammen mit historischen Herstellungsmethoden und moderner Computertechnik ergibt sie neue Einblicke: Am Bildschirm kann man darstellen, wie die Farben alter Gemälde gewirkt haben können, als die Kunstwerke noch „frisch“ waren.

Mit kriminalistischem Spürsinn müssen Doping-Analytiker vorgehen, zeigt der Artikel von Prof. Schänzer und Dr. Thevis auf den Seiten 180 bis 183. Klar, dass dabei eine Vielzahl von Umständen zu berücksichtigen sind. Doch nicht nur die Analytik hat bereichsübergreifende Herausforderungen parat. In seiner Artikelserie „Labors für spezielle Aufgaben“ zeigt Hans-Dietrich Martin, wie sich heute enantiomerenreine Verbindungen herstellen lassen. Organik, Metallorganik, Biochemie und Analytik sind dabei gleichermaßen gefragt.

Eine Abrundung des Themenspektrums bieten unsere Rubriken. Schon in dieser Ausgabe zeigt sich, dass die Einführung der Spalten für die Bildungslandschaft, Proteine und Gene sowie Sensoren und Biochips in der vergangenen Ausgabe aufgrund der Fülle des Materials nahezu zwingend war. Nur diese kurz gefassten Informationen ermöglichen, einen größeren Überblick zu geben.

Auch die Nanotechnik, die wir als eigenständigen Themenbereich vor einem Jahr eingeführt haben, leuchtet auf Seite 192 mit Neuigkeiten, im wörtlichen Sinn: Bei IBM ist es gelungen, die kleinsten Leuchtdioden der Welt herzustellen, mit Hilfe von Nanoröhren.

Viel Freude beim Lesen dieser Ausgabe, die ja auch einen Hinweis darüber gibt, woher vielleicht der Sex kommt (S. 187), wünscht

Ihr



INHALT

Aufsätze

Die Emissionsspektrometrie als Wegbegleiter der Metallurgie Werkstoffanalytik im Wandel der Zeit _____	168
Pigmentalterung und Gemäldeanalyse Der Heilige Lukas unter Neutronenbeschuss _____	174
Dopinganalytik mittels GC-MS und LC-MS/MS Probenmanipulation verhindern _____	180

Rubriken

Editorial _____	161
Impressum _____	163
F & E im Bild _____	163
Unternehmen _____	164
Personalia _____	166
Förderungen / Preise _____	167

Umschau

Labors für spezielle Aufgaben 20 Synthese enantiomerenreiner Verbindungen _____	184
Entwicklungsbiologie Brachten Pilze den Sex? _____	187

Nanotechnik

Hantieren mit Nanoröhren Von gezielter Schichtbildung bis zur Lichterzeugung _____	192
---	-----

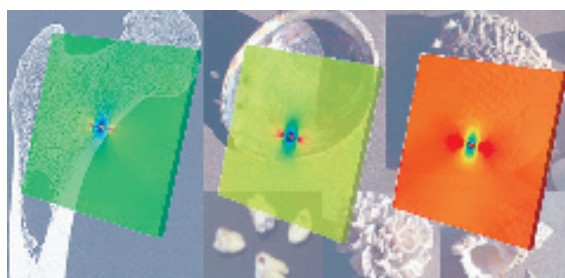
Forschung und Technik _____	188
Wirtschaft _____	190
Service _____	193
Neue Produkte _____	194
Bezugsquellenverzeichnis _____	199



Zum Titelbild:
„Der Mann mit dem Goldhelm“ im Berliner Hahn-Meitner-Institut vor einer Neutronenbestrahlung. Das Ergebnis (und andere zur Gemäldeanalyse) auf den Seiten 174 – 179 (Abbildung: HMI).

CLB-Memory

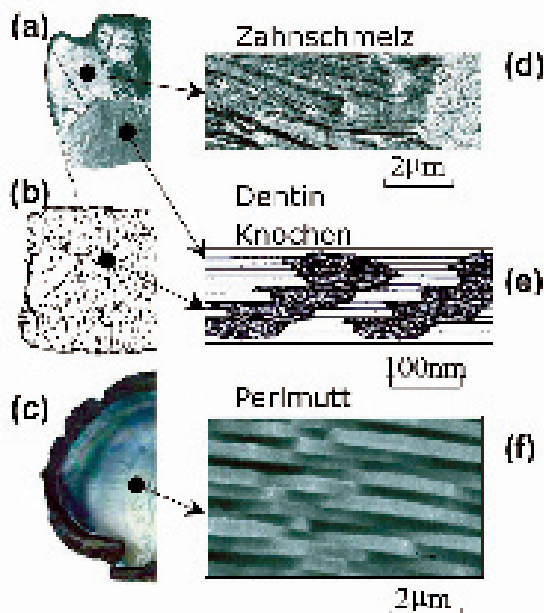
Moderne Ionenanalytik (Teil 5): Voltammetrie Untersuchung von Trinkwasser und Orangensaft _____	M33
BIA empfiehlt Info-Comics Betriebsanleitungen spannend wie ein Krimi _____	M36
Nachwachsende Rohstoffe Teil 5: Terpene Lösungsmittel aus Orangen und Nadelbäumen _____	M37
Schüler und Lehrer im FZK Praktikum in Gentechnik _____	M38
Jahr der Chemie: „Der Stoff“ Bilder einer Ausstellung _____	M39
Fragen zu Grundlagen der Chemie _____	M40



Was macht Knochen und Zähne so hart?

Forscher vom Max-Planck-Institut für Metallforschung und von der Österreichischen Akademie der Wissenschaften an der Universität Leoben haben jetzt herausgefunden, dass die spezielle Nanostruktur von Biomaterialien vermutlich der Schlüssel zu ihrer hohen Bruchfestigkeit ist. Ihre Analyse deutet darauf hin, dass die Mineralkristalle in diesen Kompositen die Zugbelastung tragen, während die Proteinmatrix die Belastungen zwischen den Mineralblättchen über Abscherung überträgt. Um die Integrität und Festigkeit der Komposit-Struktur zu sichern, muss der Mineralkristall große Zugdehnungen aushalten können, ohne zu brechen. Mit einer Reihe von mathematischen Gleichungen können die beteiligten Forscher zeigen, dass Mineralkristalle, die einen Riss enthalten, bei einer kritischen Größe von ungefähr 30 Nanometer die Rissfestigkeit eines perfekten, defektfreien Kristalls aufweisen. Außerdem haben sie eine numerische Methode entwickelt, um zu demonstrieren, dass das Spannungsfeld in der Nähe eines wachsenden Risses immer homogener wird, je kleiner die Ausdehnung der Struktur ist, und bei einer kritischen Länge von wenigen Nanometern seine höchste Festigkeit

erreicht. Diese Ergebnisse erklären, warum Knochen, die aus Partikeln von nur einigen Nanometern Größe bestehen, wesentlich fester sind als Muschelschalen, deren Teilchen einige hundert Nanometer groß sind. Biomaterialien wie zum Beispiel Knochen sind molekulare Komposite aus Proteinen und Mineralien. Während die Steifheit dieser Bio-Komposite denen des Minerals ähnelt, kann ihre „Fehlerfreundlichkeit“ (Rissenergie) um einige Größenordnungen höher sein als die des eigentlichen Minerals. So zeigt die Komposit-Schale von Perlmutter beispielsweise eine 3000 Mal höhere Bruchenergie als die des eingebetteten Minerals Calciumcarbonat (CaCO_3). Trotz ihrer komplizierten hierarchischen Struktur beobachtet man bei Bio-Kompositen, dass ihre kleinsten Bauteile im allgemeinen nur einige Nanometer lang sind und als Mineralblättchen, symmetrisch ausgerichtet in einer ganz bestimmten Struktur, in eine Protein-Matrix eingebettet sind. Links sieht man hartes biologisches Gewebe wie Knochen (a), Wirbelsäulenknochen (b) oder Perlmutter (c). Dies sind Nano-Komposite aus harten Mineralkristallen, eingebettet in eine weiche (Protein)-Matrix (d,e,f).



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. Wer-
ner, 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

Ständige Mitarbeiter:
Dr. Mechthild Kässer, Dieckholzen; Hans
Dietrich Martin, Köln; Dr. Uta Neubauer,
Bad Soden; Dr. Ognian Serafimov,
Konstanz; Jürgen Wagner, Weinheim;
Hans-G. Winkler, Meyenfeld; Dr. Röbb-
e Wünschiers, Köln.

VBTA-Verbandsmitteilungen:
Thomas Wittling, Raiffeisenstraße 41,
86420 Diedorf,
Telefon (0821) 327-2330
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 – 8,60
Euro, im persönlichen Abonnement jäh-
rlich 87 Euro zuzüglich Versandkosten;
ermäßigter Preis für Schüler, Studenten
und Auszubildende (nur gegen Vorlage
der Bescheinigung) jährlich 67,10 Euro
zuzüglich Versandkosten, inkl. 7%
MWSt. Ausland sowie Firmenabonne-
ments (Staffelpreisliste nach Anzahl) auf
Anfrage. Bezug durch den Buchhandel
und den Verlag. Das Abonnement ver-
längert sich jeweils um ein weiteres Jahr,
falls nicht 8 Wochen vor Ende des Be-
zugsjahres Kündigung erfolgt.
Erfüllungsort ist Heidelberg. Mitglieder
des VDC sowie des VBTA erhalten CLB
zu Sonderkonditionen.

Anzeigenpreisliste:
Nr. 42 vom 1.1.2002. Bei Nichterscheinen
durch Streiks o. Störung durch höhere Ge-
walt besteht kein Anspruch auf Lieferung.

Die Zeitschrift und alle in ihr enthalte-
nen einzelnen Beiträge und Abbildungen
sind urheberrechtlich geschützt. Jede
Verwertung außerhalb der engen
Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist
ohne Zustimmung des Verlags unzuläs-
sig und strafbar. Das gilt insbesondere
für Vervielfältigungen, Übersetzungen,
Mikroverfilmungen und die Einspeiche-
rung und Verarbeitung in elektronischen
Systemen.
Für die Rückgabe unverlangt eingesand-
ter Buchbesprechungsexemplare kann
keinerlei Gewähr übernommen werden.

ISSN 0943-6677



NACHRICHTEN & NOTIZEN

Transaktionen von BASF und Honeywell: Die BASF AG hat von Honeywell das weltweite Geschäft mit technischen Kunststoffen erworben. Außerdem hat sie ihre Polyamid-Faser-Aktivitäten an Honeywell verkauft.

Die BASF hat das Geschäft für mittelmolekulare Polyisobutene von Exxon Mobil Chemical übernommen. Weder Produktionsanlagen noch Personal sind Teil der Transaktion. Über den Kaufpreis wurde Stillschweigen vereinbart.

Die Berliner Capsulation Nanoscience AG und das Niederländische Unternehmen Octopus B.V. haben kürzlich einen Kooperationsvertrag unterzeichnet, der die Durchführung einer Machbarkeitsstudie im Bereich des intrazellulären Drug Delivery zum Gegenstand hat. Dabei handelt es sich um eine besondere Form des Transportes von Wirkstoffen oder genetischem Material in das Innere von Zellen, wie er beispielsweise in der Gentherapie zur Anwendung kommt. Auch in der Immuntherapie müssen bestimmte Wirkstoffe intrazellulär verfügbar gemacht werden.

Degussa, Düsseldorf, und Epichem, Bromborough, haben einen langfristigen Vertrag unterzeichnet, der die Lieferung von Silanen an die Halbleiterindustrie beinhaltet.

In Chennai (Madras) hat Eppendorf die eigene Gesellschaft Eppendorf India eröffnet, in der einer der bisherigen indischen Vertriebspartner eine Minderheitsbeteiligung hält. Besonders auf den Gebieten der Biotechnologie bietet der indische Markt sehr ausichtsreiche Potenziale.

Greiner Bio-One, Kremsmünster, ist jetzt Alleineigentümer des in Freistadt (Österreich) ansässigen Biotech-Unternehmens Lambda. Damit soll das Gebiet der Biochips ausgebaut werden. Beide Firmen entwickelten bereits den DNA-Chip „CarnoCheck“, mit dem erstmals bis zu acht Tierarten in Nahrungs- und Futtermitteln nachweisbar sein sollen. Er ist jetzt verfügbar.

Die Henkel-Gruppe hat nach BMW das zweitbeste Image unter Deutschlands Unternehmen. So lautet das Ergebnis einer Umfrage des Markt- und Meinungsforschungsinstituts Inra. Innerhalb der chemischen Industrie erhielt die BASF den ersten Platz als weltweit angesehenstes Unternehmen vom amerikanischen Wirtschaftsmagazin Fortune.

Die Hi-Bis GmbH baut eine neue Produktionsanlage auf dem Gelände des Chemie-Parks Bitterfeld. Das Joint Venture zwischen Honshu Chemical Industry (55 Prozent), Mitsui & Co., Ltd. (35 Prozent) sowie Bayer Polymers (10 Prozent), einem Teilkonzern der Bayer AG, will ab 2004 rund 5000 Jahrestonnen Spezialbisphenole herstellen, die Bayer Polymers für die Produktion eines wärmeformbeständigen Polycarbonats einsetzt. Die 38 Millionen Euro Investition schafft 35 neue Arbeitsplätze in Bitterfeld.

Epigenomics wächst und kooperiert DNA-Methylierungsmuster

Die Deutsche Venture Capital (DVC) hat rund fünf Millionen Euro in Epigenomics investiert. Das Biotechnologie-Unternehmen entwickelt Produkte zur Früherkennung und molekularbiologischen Klassifizierung von Krebs und anderen Krankheiten auf Basis von DNA-Methylierung. Kooperationen mit anderen Firmen und Universitäten können zu weiteren Fortschritten führen.

Epigenomics entwickelte sich seit der Gründung 1998 von einem fünfköpfigen Team in einem Berliner Hinterhof zu einem Biotechnologieunternehmen mit 135 Mitarbeitern. Durch Bestimmung und Interpretation der spezifischen DNA-Methylierungsmuster erstellt die Firma für jede Zelle eine digitalisierte Darstellung (Digital Phenotype) der Genzustände. Der Vergleich von Gewebeproben des Patienten mit gesunden und kranken Referenzproben ermöglicht eine Krankheitsdiagnose in einem frühen Stadium.

Roche Diagnostics und Epigenomics unterzeichneten eine drei-

jährige Kooperationsvereinbarung zur Entwicklung diagnostischer Produkte für die Früherkennung häufiger Krebsarten, ihre Charakterisierung sowie für die Vorhersage des Behandlungserfolgs mit bestimmten Krebsmedikamenten.

Im Rahmen einer exklusiven Lizenzvereinbarung mit der John Hopkins University erwarb das Unternehmen die Rechte an einem von Prof. Dr. Andrew Feinberg entdeckten Risiko-Marker für Darmkrebs. Der Marker lässt sich bei Risikopatienten bis zu 20-mal häufiger nachweisen. Durch eine Weiterentwicklung des Tests auf Basis von Epigenomics DNA-Methylierungstechniken könnte in vielen Fällen eine Darmspiegelung vermieden werden.

Die mit der australischen Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO), Division of Molecular Science, abgeschlossene Optionsvereinbarung betrifft die „Headloop-Assay“-Technik, mit deren Hilfe die Erkennung von Tumor-DNA in Blutproben und ihre Unterscheidung von normaler DNA eindeutig möglich ist.

Gemeinsam gegen Makuladegeneration

Die MWG Biotech AG und die Lynkeus BioTech GmbH kooperieren zur Identifizierung von Genen, die mit altersbedingter Makuladegeneration (AMD) assoziiert sind. AMD ist eine der häufigsten Ursachen für Sehstörungen und Erblindung bei Menschen über 55. Im Rahmen der Zusammenarbeit führt MWG Biotech DNA Sequenzierstudien durch. Aufbauend auf diesen Daten analysiert Lynkeus Kandidatengene nach ihrer Beteiligung an der AMD-Pathogenese. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse dienen zur Entwicklung neuer Diagnostikwerkzeuge und Behandlungsstrategien.

Degussa Stiftung

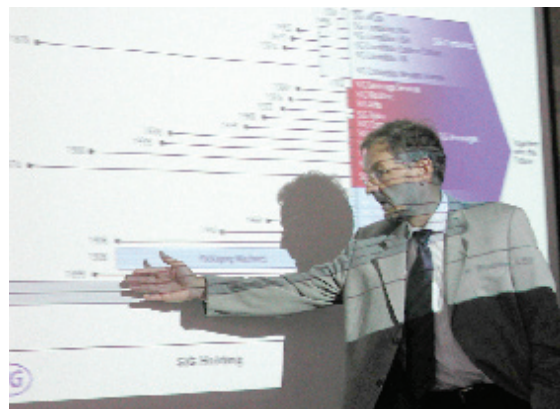
Die Degussa AG bündelt einen Großteil ihrer Bildungs-, Kultur- und Wissenschaftsprojekte in einer neuen Stiftung. Neben der Förderung von Wissenschaft und Forschung auf dem Gebiet der Naturwissenschaften wird sich die neue Stiftung für den Umweltschutz und eine nachhaltige Entwicklung, kulturelle Zwecke sowie die Förderung der Denkmalspflege engagieren. Sie soll mit der in Frankfurt ansässigen Degussa-Herrmann-Schlosser-Stiftung zusammengeführt werden. Die Degussa Stiftung ist derzeit mit einem Kapital von 2,5 Millionen Euro ausgestattet.

150 Jahre SIG: Immer ein weites Umfeld im Blick Diversifizierung in anderer Form

Das Schweizer Unternehmen SIG verfolgt Diversifizierung als Strategie, und das seit nunmehr 150 Jahren. Allerdings bestand die Vielfalt lange Zeit in einer Verbreiterung der Produkt- und Bereichsbasis, heute jedoch in einer Diversifizierung in Weltregionen sowie in technischer Fortentwicklung.

SIG bedeutet „Schweizerische Industrie-Gesellschaft“. Die Zentrale befindet sich unmittelbar am Rheinfluss in Neuhausen, Schweiz, aus gutem Grund: Die Wasserenergie diente einst zum Antrieb

der Mechanik. Frühere Produkte waren Eisenbahnwaggons, Waffen, Autos. Seit 1906 baut man auch Verpackungsmaschinen; die ersten gab es für die „Toblerone“. Heute ist das Unternehmen allein in Verpackung engagiert; CEO Dr. Roman Boutellier verkaufte 1999 den Waffenbereich und das Bahngeschäft, akquirierte dafür beispielsweise 2000 Krupp Kunststofftechnik. Für ihn gilt es, weltweite Märkte zu beobachten, die die Ansprüche von Investitionsgüter-Käufern ebenso berücksichtigen wie die Trends der Endverbraucher. Währungsrisiken



SIG-Chef Roman Boutellier erläutert die Strategie des Unternehmens, das 2002 mit 9400 Mitarbeitern einen Umsatz von 1,88 Mrd. Euro erzielte (Foto: Kickuth).

will er dadurch abfedern, dass mehr und mehr in den Heimatländern der Kunden produziert wird.

Ebenso forciert Boutellier den Ausbau moderner Produktionsanlagen und Produkte. „Quaderverpackungen werden langsam langweilig. Da man Produkte zuerst an der Form identifiziert, haben wir unseren Verpackungsmaschinen jetzt beigebracht, wie man verschiedene Formen für Getränkeverpackungen produziert“, erläuterte er gegenüber Journalisten in Neuhausen.

Ein anderes „heißes“ Thema sind PET-Flaschen für Bier und empfindliche Getränke. Hier plane SIG Ende Juni mit einem Leitenden eine Markteinführung. Die für bessere Barriere-Eigenschaften von PET-Flaschen notwendige Plasmabeschichtung entwickelte SIG zusammen mit Schott, die Erfahrungen in der Glasbeschichtung sammelten. RK

Neu organisiert: Bayer Polymers

Polymere sind Zukunftsmarkt

Bayer Polymers ist nach den Worten von Dr. Hagen Noerenberg, Leiter des Unternehmens, für die Zukunft als eigenständige Aktiengesellschaft unter dem Dach der Bayer-Holding bestens gerüstet.

Insgesamt sollen ab dem Jahr 2005 jährlich rund 700 Millionen Euro durch Kostensenkungen und Effektivitätssteigerungen eingespart werden. Dabei sei auch der Abbau von Arbeitsplätzen unumgänglich. In einem Zeitraum von 2002 bis 2005 sollen weltweit 5300 Stellen – von insgesamt 23 000 – wegfallen.

Für Sachanlagen gibt das Unternehmen im Jahr 2003 rund 600 Millionen Euro aus. Schwerpunkt für Neubau-Maßnahmen ist China. Hier entsteht zur Zeit in Caojing, nahe Shanghai, ein neuer Produktionsstandort. Insgesamt will man in der Region Asia Pacific bis zum Jahr 2007 rund 25 Prozent des weltweiten Umsatzes generieren. Aktuell sind es 18 Prozent.

Neben China realisiert das Unternehmen derzeit auch in Europa Investitions- und Ausbauprojekte: In Dormagen, Deutschland, ent-

steht für 170 Millionen Euro eine Anlage zur Herstellung von TDA (Toluylendiamin). In Maasvlakte, Niederlande, baut Bayer Polymers zusammen mit der Lyondell Chemical Company eine Anlage zur Herstellung von Propylenoxid und Styrol. Des Weiteren errichtet Bayer Polymers zusammen mit DuPont in Hamm-Uentrop, Deutschland, eine neue Anlage zur Herstellung des thermoplastischen Polyesters PBT (Polybutylenterephthalat).

Weiteres Wachstum will Bayer Polymers durch Akquisitionen sowie Partnerschaften und Joint Ventures erreichen.

Der Weltmarkt für Polymere sei zweifelsfrei ein Zukunftsmarkt mit ausgezeichneten Wachstumschancen, so Dr. Noerenberg. Marktstudien untermauern diese Wachstumsprognosen. Während der Pro-Kopf-Verbrauch von Kunststoff-Werkstoffen weltweit im Jahr 1980 noch bei rund elf Kilogramm gelegen hatte, prognostizieren Marktforscher für das Jahr 2010 einen Pro-Kopf-Verbrauch von 38 Kilogramm. Aktuell liegt der Kunststoff-Verbrauch bei 26 Kilogramm.

Hau(p)tsache Sicherheit

Die Berufsgenossenschaften haben den mit 30 000 Euro dotierten BG-Innovationspreis verliehen: Den ersten Preis erhielt die Ident Technology AG aus Gauting für ihr System zur Unfallverhütung. Kleine Signalgeber übertragen hochfrequente Signale direkt beziehungsweise kapazitiv gekoppelt über die Haut an einen Empfänger. Der Signalempfang belegt, dass sich Gegenstände, die mit den Signalgebern ausgerüstet sind, in unmittelbarer Körperrnähe befinden. So werden beispielsweise Gefahr bringende Schaltvorgänge erst dann eingeleitet, wenn die Bedienperson die mit einem Code-Geber bestückte Schutzausrüstung trägt.



AMA Der Fachverband für Sensorik hat als neuen Vorstandsvorsitzenden **Florian Solzbacher**, Gründer und Gesellschafter der First Sensor Technology GmbH Berlin. Der bisherige Vorsitzende, **Reinhold Rösemann**, wurde in den AMA Ältestenrat gewählt.

ATOFINA **Wulf Sauer** ist nun als Geschäftsführer Nachfolger von **Dr. Hubert G. Lutz**, der 2002 eine gemeinsame überregionale Geschäftsführung für Deutschland, Österreich und die Schweiz einführte.



BASF **Dr. Jürgen Hambrecht** (57) – im Foto rechts im Gespräch mit CLB-Chefredakteur Rolf Kickuth auf der diesjährigen Bilanzpressekonferenz der BASF – hat den Vorstandsvorsitz von **Prof. Dr.**



Jürgen Strube (64) übernommen. Er leitete das Unternehmen 13 Jahre lang und wurde nun neuer Aufsichtsratsvorsitzender.

DKFZ **Prof. Dr. Peter Lichter** ist jetzt kommissarischer Wissenschaftlicher Vorstand des Deutschen Krebsforschungszentrums DKFZ. Er wird diese Position einnehmen, bis die Findungskommission und das DKFZ-Kuratorium einen neuen Vorstand gewählt haben.



NOVEMBER Das Erlanger Biotechnologieunternehmen hat den Bereich Finanzen neu besetzt. Neuer Leiter des Finanzressorts ist **Alexander Offer**.

ROCHE **Dr. Gottlieb Keller** (48) wird ab dem 1. Juli 2003 in die Konzernleitung eintreten und Corporate Human Resources und das Pharma Site Management Basel und Kaiseraugst übernehmen. Er behält seine bisherigen Aufgaben bei Corporate Communications.



WACKER **Dr. Christoph von Plotho** (47) übernimmt die Leitung des Geschäftsbereichs Wacker Specialties. Er tritt die Nachfolge von **Albert Baehny** (50) an, der den Konzern Ende Januar verlassen hat.

EHRUNGEN

Mit der Verleihung des **Kaiser-Friedrich-Forschungspreises 2003**, der mit 15 Euro dotiert ist, wurden Wissenschaftler der Universitäten in Braunschweig und Bochum geehrt. Sie haben eine Terahertz-Strahlungsquelle entwickelt, die flexibel, raumsparend und zugleich kostengünstig ist und damit die Anwendung dieses neuartigen Lichtes im großen Maßstab ermöglicht. Das „Bildgebende Dauerstrich-Terahertz-System“ wurde von **Prof. Dr. Martin Koch** und **Dipl.-Ing. Thomas Kleine-Ostmann** vom Institut für Hochfrequenztechnik der TU Braunschweig in Kooperation mit **Prof. Dr. Martin Hofmann** und **Dipl.-Ing. Stefan Hoffmann** vom Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik an der Ruhr-Universität Bochum entwickelt.

Dr. Stefan Schröder von der Universität Bonn hat den mit 35 000 US-Dollar dotierten **Ebbe Nielsen Preis** erhalten. Seine vom BMBF im Rahmen des BIOLOG-Programms geförderten Untersuchungen zur automatischen, computergestützten Identifizierung verschiedener Bienenarten anhand von Flügelmustern findet damit internationale Anerkennung. Den Preis stiftet die Global Biodiversity Information Facility (GBIF), die es sich zum Ziel gesetzt hat, die wissenschaftlichen Daten zur Biodiversität in einem Netzwerk weltweit und freizügig nutzbar zu machen.



Erfolg mit Biotechnik

Prof. Dr. Peter Frankenberg, Minister für Wissenschaft, Forschung und Kunst des Landes Baden-Württemberg, ermutigte die zehn Gewinner des **internationalen Biotechnologie Businessplan-Wettbewerbs GeneStart biotech award** auf ihrem Weg in die Selbstständigkeit konsequent weiter zu gehen. In die Bewertung sind Konzepte aus allen Bereichen der modernen Biotechnologie einschließlich der Medizintechnik eingegangen. Jeweils 1500 Euro gewonnen haben folgende Start-up Unternehmen beziehungsweise potenzielle Gründer:

- **BioLogical Screens, Tübingen**
- **GTX Pharmaceuticals GmbH, Ulm / München**
- **Immatics Biotechnologies GmbH, Tübingen**
- **LIGEM (Life & Geometry), Heidelberg**
- **M-CHiPS, Heidelberg**
- **PheneX Pharmaceuticals AG, Heidelberg**
- **Phosphosites GmbH, Homburg im Saarland**
- **quantiom bioinformatics GmbH, Weingarten**
- **Subitec GmbH, Stuttgart**
- **TransgeneTechnologies, Heidelberg**

In der ersten Phase des GeneStart biotech award mussten die Teilnehmer ihre innovative Geschäftsidee, deren Kundennutzen und Marktchancen vorstellen. Damit haben sie die erste Hürde des Wettbewerbs geschafft. Am Ende der zweiten Phase am **10. Juli** präsentieren die Biotechnologie-Gründer der Jury ihren fertigen Businessplan. Ein Einstieg in den Wettbewerb ist auch nach Abschluss der ersten Phase möglich. Den Siegern der zweiten Phase winken Gewinne bis zu 30 000 Euro.



Schmerzforschung

Mediziner, Psychologen und Naturwissenschaftler können sich bis zum **15. Juni** um den diesjährigen Förderpreis für Schmerzforschung bewerben. Gesucht werden Wissenschaftler, die in der anwendungsbezogenen Forschung und umgesetzten Grundlagenforschung einen wesentlichen Beitrag zur interdisziplinären Therapie akuter und chronischer Schmerzen geleistet haben. Stifter des Preises ist die Grüenthal GmbH. Den gesamten Ausschreibungstext finden Sie im Internet unter: www.medizin.uni-koeln.de/projekte/dgss/FoerderpreisDGSS.html.

Biophotonik

Lebensabläufe ursächlich verstehen und im Krankheitsfall korrigieren – dafür will das junge Forschungsgebiet der „Biophotonik“ das Handwerkszeug schaffen, und zwar mit Hilfe Optischer Technologien wie dem Laser. Das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) plant für **September 2003** eine erneute Biophotonik-Ausschreibung. Im Vorfeld der Neuausschreibung sind Forscher aus diesem Bereich dazu aufgefordert, Ideenskizzen einzureichen, damit die Ausschreibung auf die neuesten Forschungsrichtungen der Biophotonik abgestimmt werden kann. Außerdem sollen die Ideenskizzen bewirken, dass interessierte Forscher zusammentreffen und sich zu Forschungsverbänden formieren. Die Techniken der „Biophotonik“ können für die Lebenswissenschaften wie Medizin, Pharmazie, Bio- und Gentechnologie ebenso wie für Landwirtschaft, Ernährung und Umwelt von Nutzen sein. Mit der Abwicklung der Förderaktivitäten hat das BMBF das VDI-Technologiezentrum als Projektträger beauftragt. Über die Einreichung von Ideenskizzen informiert die Homepage www.biophotonik.org.

Nano Trends Award

Noch bis zum **15. Juni** nimmt die IIR Deutschland GmbH Bewerbungen für den Nano Trends Award entgegen. Mit dem Preis zeichnet der Kongressveranstalter erstmals eine besonders innovative Anwendung oder Erfindung im Bereich der Nanotechnologie aus. Weitere Informationen finden Sie unter www.nanotrends.de.

Preise von Eppendorf

Zum neunten Mal können sich ab sofort in Europa tätige Forscher im Alter bis max. 35 Jahren um den Eppendorf Award For Young European Investigators bewerben. Der Preis ist mit 15 000 Euro dotiert. Honoriert werden auf molekularbiologischen Methoden beruhende herausragende Leistungen auf dem Gebiet der biomedizinischen Forschung. Die Anmeldefrist läuft bis **30. Juni**. Zum zweiten Mal verleihen die Eppendorf AG und die Zeitschrift Science ihren jährlichen, mit 25 000 US-Dollar dotierten Forschungspreis für herausragende Beiträge zur neurobiologischen Forschung mit molekular- und zellbiologischen Methoden. Die Bewerbungsfrist endet am **15. Juni**. Ausführliche Informationen zu beiden Preisen sind unter www.eppendorf.com/awards nachzulesen.

Mentoring für Frauen

Das Mentoringprogramm speziell zur Karriereförderung bereits promovierter Wissenschaftlerinnen soll fortgesetzt werden. Das hat der Vorstand des Max-Delbrück-Centrum für Molekulare Medizin (MDC) beschlossen und die zweite Bewerbungsrunde im MDC ausgeschrieben. Es ist eine Laufzeit von 15 Monaten veranschlagt. Auch die Helmholtz-Gemeinschaft, zu der das MDC gehört, plant ein Mentoringprogramm, das Wissenschaftlerinnen in allen 15 Zentren offen stehen soll.

Förderungen / Preise

WTW
VARIO

messen im
Handumdrehen

Brauchen Sie ein pH-Meßgerät für die schnelle und genaue pH-Messung ohne großen Laboraufwand? Oder ein komfortables Handgerät für komplexe Aufgabenstellungen? VARIO kann beides – clever und smart!



VARIO
auf der
ACHEMA
Halle 6.1
Stand D38-
E19

Sie können es drehen und wenden wie Sie wollen – im VARIO Set finden Sie die flexible Lösung für Messungen vor Ort und im Labor – und das zu einem unschlagbaren Preis. Interesse? Dann fragen Sie uns:

WTW GmbH & Co. KG
Dr. Karl Gleva, Str. 1
D 92262 Weihen
tel. 0891 / 185 0
fax 0891 / 185 120
E-Mail: info@wtw.de
Web: www.nanotrends.de

...clever

smart...

Werkstoffanalytik im Wandel der Zeit

Karl Heinz Koch und Jörg Flock

Die chemische Analytik hat die Entwicklung der Metallurgie stets eng begleitet und teilweise metallurgische Verfahren durch die Bereitstellung prozessorientierter und zeitkritischer Analysenmethoden erst ermöglicht. So schuf die Anwendung der Emissionsspektrometrie die Voraussetzung für die gezielte Prozessüberwachung und -lenkung der Blasstahlverfahren. Die geschichtliche Betrachtung der Emissionsspektroskopie kann auch als Beispiel für einen dem Fortschritt dienenden interdisziplinären Dialog, hier zwischen Metallurgen und Chemikern, gelten. Außerdem lässt sich an der Entwicklung und vielfältigen Anwendung der Emissionsspektroskopie die Verknüpfung von wissenschaftlicher Erkenntnis und dem entsprechenden Stand der analytischen Methodik mit den Fortschritten in der metallurgischen Verfahrenstechnik beispielhaft und eindrucksvoll aufzeigen.

Mit Blick auf die für die Metallurgie relevante Entwicklung der Emissionsspektroskopie lassen sich drei Entwicklungsphasen unterscheiden, nämlich die Anwendung der visuellen Spektroskopie bei Windfrischverfahren, die Zeit der Spektrographie und schließlich die prozesstechnisch und wirtschaftlich besonders bedeutsame Phase der Funkenemissionsspektrometrie. Tiefgreifende Fortschritte in der Metallurgie sind vor allem in der dritten Phase durch die Bereitstellung schneller, prozessorientierter Analysenmethoden ermöglicht worden, denn die Emissionsspektroskopie schuf die Voraussetzung für eine gezielte Prozesslenkung insbesondere der Sauerstoffblasstahlverfahren [1]. Mit den Möglichkeiten der elektronischen Datenverarbeitung begann – seit etwa 1963 – die Zeit der Automatisierung spektralanalytischer Methoden, die zur Konzeption umfassend automatisierter Analysensysteme und zu atline betriebenen Spektrometerlaboratorien führte.

Überwachung von Windfrischverfahren

Es waren nur rund zehn Jahre seit der Erfindung des Windfrischverfahrens durch H. Bessemer¹⁾ (1855) und

Die Autoren

Prof. Dr. Karl Heinz Koch ist nach langjähriger Tätigkeit in der Stahlindustrie und der Mitarbeit in zahlreichen Fachgremien sowie nach einer Honorarprofessur an der Technischen Universität Wien derzeit Vorstandsmitglied der Gesellschaft für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie e.V. in Dortmund und seit über 20 Jahren Mitherausgeber der CLB.

Dr. Jörg Flock studierte Chemie in Duisburg. Derzeit ist er im Fachbereich Chemische Analytik/Technik der Thyssen Krupp Stahl AG als Bereichsleiter für die anorganische Analytik von Roh-, Einsatz- und Werkstoffen zuständig.

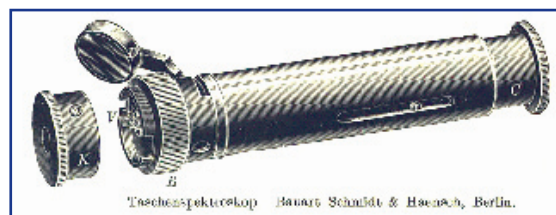


Bild 1: Taschenspektroskop für visuelle Beobachtungen.

nur wenige Jahre nach der wissenschaftlich bedeutsamen Anwendung der Emissionsspektroskopie durch R. Bunsen und G. Kirchhoff (1860) vergangen, als dieses neue Analysenprinzip bereits Eingang in die Metallurgie der Stahlerzeugung fand. Die erklärten Ziele bestanden in einer Verbesserung der Prozessüberwachung und der objektiven Bestimmung des Prozessendpunktes. Beide Ziele waren für die damalige Zeit wahrhaft „moderne“ und sind selbst nach 140 Jahren immer noch aktuelle Aufgabenstellungen. Bei Einführung des Windfrischverfahrens war sofort das Problem, das bei jedem Blasstahlprozess besteht, erkannt worden, nämlich die zuverlässige Erkennung des Verfahrensendpunktes, das heißt die gezielte Beendigung der für die Oxidation des im Roheisen enthaltenen Kohlenstoffs und anderer Begleitelemente benötigten Sauerstoffzufuhr. Aus dieser Erkenntnis erklärt sich das große Interesse, das der – dank der Arbeiten von Kirchhoff und Bunsen – zu erster praktischer Bedeutung gelangenden Spektralanalyse entgegengebracht wurde und erstmalig Metallurgen und Chemiker ein gemeinsames Ziel verfolgen ließ. Nachdem vergeblich versucht worden war, den Stand des Frischvorganges auf Grund der Zahl der Umdrehungen der Windgebläsemaschinen zu beurteilen, versuchte 1862 W. Bragge in Sheffield dieses Problem mithilfe eines Spektroskopes zu lösen. Dieser hoffnungsvolle Ansatz veranlasste H.E. Roscoe, ein Schüler Bunsens und Professor an der Universität Manchester, die „Besemmerflamme²⁾“ (Flammerscheinung während des Frischprozesses; „Frischen“ = Oxidative Entfernung der im Eisen gelösten, unerwünschten Begleitelemente über eine Schlacken- oder Gasphase) spektralanalytisch genauer zu untersuchen [2].

Es war dann A. Lielegg, ein österreichischer Gymnasialprofessor, der 1867 als Erster visuelle spektroskopische Beobachtungen der beim Prozessablauf aus dem birnenförmigen Konverter entweichenden

1) Hierbei wird Luft („Wind“) von unten durch die Roheisen-schmelze geblasen.

2) Flammerscheinung während des Frischprozesses; „Frischen“ = Oxidative Entfernung der im Eisen gelösten, unerwünschten Begleitelemente über eine Schlacken- oder Gasphase

3) Bezeichnung wegen der „sauen“ feuerfesten Konverterauskleidung auf Quarzitzbasis



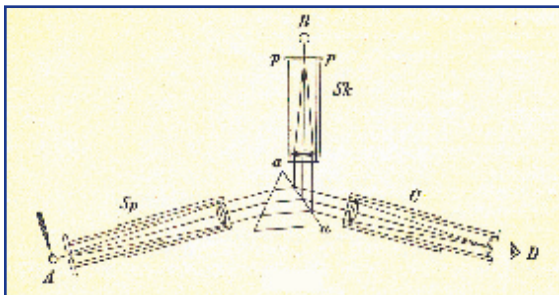


Bild 2: Strahlengang in einem Spektroskop nach Bunsen und Kirchhoff mit Skalierereinrichtung.

Flammerscheinungen durchführte, die zu praktisch verwertbaren Ergebnissen führten [3]. Er benutzte dazu ein einfaches, aus zwei Prismen bestehendes Spektroskop (Bild 1) und betrachtete das Spektrum mit einem sechsfach vergrößernden Fernrohr. Eine Skalierung ermöglichte eine Zuordnung der einzelnen Spektrallinien in dem beobachteten Spektrum (Bild 2). Lielegg stellte bei seinen Untersuchungen fest, dass sich das Auftreten und Verschwinden bestimmter Linien und Liniengruppen den verschiedenen Prozessphasen zuordnen lässt (Tabelle 1). Seine sehr ausführliche Beschreibung der in der zeitlichen Folge zu beobachtenden Spektren endet mit der Feststellung: „Aus dem Angeführten ergibt sich nun, dass mithilfe des Spectralapparates sowohl der Beginn als auch das Ende der Entkohlung des Eisens sich genau bestimmen

Tabelle 1: Beobachtungen charakteristischer Linien und Liniengruppen in der Bessemerflamme von A. Lielegg (5)

239	Kn.
233	Lix.
212	Gruppe von drei schmalen scharf begrenzten roten Linien, von welchen meistens nur die erste und die dritte gut sichtbar sind.
210	
208	
204	Mitte eines breiten dunklen Absorptionsstreifens ohne scharfe Begrenzung.
201	Natriumlinie.
200	Schmäler dunkler Streifen.
195	Gruppe von drei grünlichgelben Linien, von welchen die dritte (184) am hellsten ist und stets zuerst erscheint; bei sehr großer Lichtintensität der Flamme ist manchmal der ganze Raum von 199—184 mit gelben und grünlichgelben Linien erfüllt.
190	
184	
174	Gruppe von drei hellgrünen Linien, die dritte (171·8) am hellsten, und zuerst auftretend.
173·5	
171·5	
167	Helle grüne Linie nur in der Frischperiode sichtbar.
163	Gruppe von vier grünlichblauen bis Hellgelblich sich gleichenden Linien.
160	
155	
155·8	Gruppe von vier gleich starken hellblauen Linien.
148	
144·5	
141	Gruppe von vier gleich starken hellblauen Linien.
136·5	
133	
113	Jede einer Gruppe von vielen blauen gleichweit von einander abstehenden Linien, die sich an die letzte (136·5) der vorhergehenden Gruppe unmittelbar anschließen; die Linien sind viel lichtschwächer und konnten nicht immer beobachtet werden.
81	Grenzen einer Gruppe von vier blauvioletten Doppellinien, die erst in der Frischperiode aber nicht jedesmal deutlich erscheinen.
67	
41	Helle scharfbegrenzte blauviolette Linie erscheint in der Frischperiode gleichzeitig mit der Gruppe (81—67).
4	Sp.
2	Helle violette Linie.

lässt, dass das Auftreten der blauvioletten Linien während der Frischperiode ein eigenes Stadium derselben charakterisiert, welches nur auf diesem Wege erkannt werden kann, und dass sowohl das Erscheinen als auch das Verschwinden dieser Linien als Erkennungszeichen zum Beenden der Charge benutzt werden können.“

In der Folgezeit wurden in mehreren Ländern (Frankreich, Russland, Deutschland, Schweden) Spektroskope zur Verfolgung des Frischvorganges beim „sauren“⁽⁴³⁾ Bessemer-Verfahren sowie dem von S.G. Thomas 1877 erfundenen basischen Windfrischverfahren verwendet (Tabelle 2) und zum „Abfangen“ von Schmelzen (Beenden des Blasvorganges) empfohlen. Erwähnenswert erscheinen in diesem Zusammenhang auch die Arbeiten von L.C. Glaser, der auf Grund spektralanalytischer Beobachtungen die metallurgischen Vorgänge beim Windfrischen eingehend untersucht hat [3]. Trotz dieser neuen prozessanalytischen Möglichkeit folgte in jener Zeit die Prozessführung in den überwiegenden Fällen den aus der Erfahrung abgeleiteten Regeln. Daraus folgt, dass der Wert spektroskopischer Untersuchungen für die Klärung metallurgischer Vorgänge und zur verbesserten Führung des Frischprozesses zwar erkannt worden war und an einigen Stellen genutzt wurde, dass sie aber noch keine allgemein anerkannte Rolle als Wegbegleiter der Metallurgie spielen konnten.

Dieses Prinzip der direkten (visuellen) Betrachtung des nicht durch eine Flamme, sondern durch eine Funken- oder Bogenanregung erzeugten Emissionsspektrums fand schon früh zur qualitativen Analyse

Tabelle 2: Spektralanalyse und Windfrischverfahren

Jahr	Autor(en) / Land	Metallurgie/Anwendung der Spektralanalyse	Literatur
1855	Bessemer	Erfindung des Windfrischens von Roheisen mit niedrigem P-Anteil	
1860	Bunsen, Kirchhoff	Begründer der Spektralanalyse	
1862	Bragge	Erste Versuche zur spektroskopischen Verfolgung des Frischvorganges beim Bessemerverfahren	[2]
1863	Roscoe	Spektroskopische Untersuchungen der Bessemerflamme	[2]
1867	Lielegg	Erste praktisch verwertbare Zuordnung von Spektrallinien zu Prozessphasen	[3]
1869	Deutschland	Untersuchungen der Bessemerflamme	
1877	Russland	Anwendung des Spektroskops	
1877	Thomas	Erfindung des Windfrischens von Roheisen mit hohem P-Anteil	
1891	Frankreich	Anwendung des Spektroskops	
1895	Schweden	Anwendung des Spektroskops	
1920	Glaser	Spektroskopische Untersuchungen der metallurgischen Vorgänge beim Windfrischen	[4]

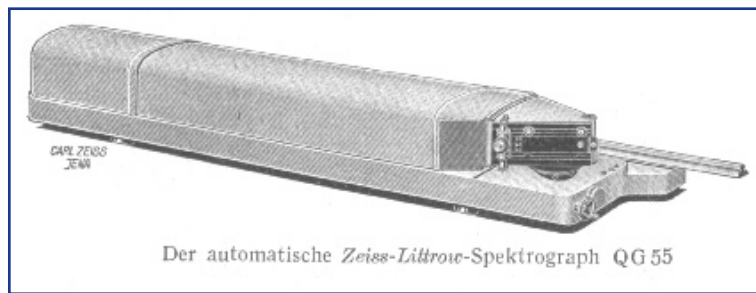


Bild 3: Spektrograph mittlerer Dispersion mit fotografischer Registrierung der Spektrallinien.

metallischer Werkstoffe Anwendung. Diese Form der Spektralanalyse diente seinerzeit dazu, die Anwesenheit bestimmter Elemente nachzuweisen oder durch die gleichzeitige Betrachtung des von einer unbekanntem Probe emittierten Spektrums und eines Vergleichsspektrums bekannter Herkunft den Werkstofftyp zu identifizieren. Hierfür wurden unter anderem speziell für diesen Prüfzweck konzipierte transportable Spektroskope eingesetzt (siehe auch weiter unten). Unter festgelegten Versuchsbedingungen und bei Einhaltung bestimmter Regeln war sogar eine quantitative Analyse möglich, allerdings nur mit einer hohen relativen Messunsicherheit von etwa 20 bis 30 Prozent. Diese Art der Produktkontrolle (Qualitätssicherung) hat inzwischen eine mehr als 65-jährige Geschichte: Das erste technisch eingesetzte transportable Spektroskop war 1937 das „Steeloscop“ der Fa. Hilger.

Emissionsspektrometrie und Werkstoffanalytik

Auf die Phase der visuellen Spektralanalyse, bei der das mittels eines Prismas erzeugte Spektrum der zu untersuchenden Probe mit dem unbewaffneten Auge oder mithilfe einer einfachen Optik betrachtet wurde, folgte die Zeit der Registrierung der beobachteten Lichtintensitäten der verschiedenen Spektrallinien auf einer Fotoplatte oder einem photographischen Film (Spektrographie). Am Beginn der praktischen Nutzung der Spektrographie in den Hüttenlaboratorien – etwa ab 1932 – war sie trotz ihrer Eignung zur Multielementanalyse zunächst auf wenige Sonderfälle der Stahlanalytik beschränkt. Da die zu Anfang dieses Zeitabschnittes übliche Methodik wegen des beachtlichen Zeitaufwandes, unter anderem für die Entwicklung und Auswertung der Fotoplatte oder -filme, keine grundsätzlichen Vorteile zur Prozessüberwachung gegenüber der chemischen Analyse bot, konnte sie in Deutschland und wahrscheinlich im ganzen europäischen Raum keinen tiefgreifenden Wandel in der Prozessanalytik bewirken. Einen anderen Verlauf nahm seinerzeit teilweise die Anwendung der Spektrographie in den USA. In seinem Bericht über eine Amerikareise im Jahre 1939 schildert H. Kaiser [5] unter anderem einen Besuch des analytischen Laboratoriums der Ford-Werke in Detroit. Durch Beschleunigung der fotografischen Arbeitsschritte und die Rationalisierung der spektrographischen Arbeitsweise war es dort gelungen, die Analyse eines legierten

Stahls auf sieben Elemente bereits nach sechs Minuten – gerechnet vom Probeneingang im Laboratorium – an den Schmelzbetrieb abzugeben. Das war eine Vorgabe, die lange Zeit von der späteren spektrometrischen Analytik nicht unterboten werden konnte.

Allerdings waren der Spektrographie im Hinblick auf die Möglichkeiten zur Kostensenkung (Rationalisierung) und der Automatisierbarkeit enge Grenzen gesetzt. Den sich aus der in den 1950er-Jahren beginnenden Entwicklung der Sauerstoffblasstehteknik ergebenden Forderungen nach einer schnellen, prozessorientierten Analytik, die sich außerdem in übergeordnete Datenverarbeitungs- und Prozessleitsysteme einbinden lässt, konnten spektrographische Arbeitsweisen natürlich nicht gerecht werden. Allerdings ermöglichten spektrographische Verfahren etwa in der Zeit von 1935 bis 1960 die Lösung einer Reihe von analytischen Problemstellungen, die chemisch Schwierigkeiten bereiteten, wie zum Beispiel die Bestimmung einiger Spurenanteile in Stahlwerkstoffen oder die Untersuchung von feuerfesten Baustoffen, wie Tonen und Schamotten. Eine Probe der letztgenannten Art konnte in etwa 30 Minuten analysiert werden, ein Fortschritt gegenüber der damals üblichen zwei bis drei Tage erfordernden chemischen Analyse. Die Anregung dieser Stoffe geschah beispielsweise mit dem Feußnerschen Hochspannungsfunken unter Einsatz besonderer Elektroden. Verwendung fand üblicherweise ein Spektrograph mittlerer Dispersion (Beispiel in Bild 3). Auch die in einem Hüttenwerk neben Proben von Hilfsstoffen, Zwischen- und Fertigprodukten in großer Zahl anfallenden Schlacken wurden nach chemischem Aufschluss spektrographisch untersucht. Besonders bewährt hatte sich seinerzeit ein Zerstäuberverfahren mit kontinuierlicher Lösungszufuhr, das für die üblichen Anteile in Schlacken und feuerfesten Baustoffen relative Wiederholstandardabweichungen von ein bis vier Prozent erreichen ließ. Wegen der Zeitdauer (zwei Stunden) war damit allerdings nur eine retrospektive Beurteilung des Prozessgeschehens möglich. Die verfahrensgerechte Lösung dieses Problems gelang dann in den 1960er-Jahren durch Anwendung der Röntgenfluoreszenzspektrometrie. Die genannte Methode war, wie die Lösungsanalyse unter Verwendung von Radelektroden, unter anderem auch für die Bestimmung des metallurgisch interessanten „säurelöslichen Aluminiums“ in Stählen interessant, ein Problem, das bereits 1940 spektrographisch bearbeitet worden war.

Im Zusammenhang mit Fragen des Reinheitsgrades von Stählen und der Aufklärung von Desoxidationsmechanismen stellte sich das Problem der mikroanalytischen Untersuchung von oxidischen Phasen, die durch elektrochemische Isolierung aus der Eisenmatrix abgetrennt wurden. Für beide Forderungen konnte man spektrographische Verfahren mit befriedigender Präzision entwickeln. Heute werden derartige spuren- und mikroanalytische Fragestellungen mithilfe der Atomabsorptions- und/oder der ICP-Spektrometrie beziehungsweise durch Einsatz der Elektronenstrahl-

mikroanalyse, der Raster-Elektronenmikroskopie oder der Transmissionselektronenmikroskopie gelöst.

Zusammenfassend bleibt festzustellen, dass die etwa drei Jahrzehnte spektrographischer Analytik in der Stahlindustrie zwar keinen grundsätzlichen Fortschritt hinsichtlich einer prozessgerechten Schmelzüberwachung bedeuteten, für viele Fragestellungen der Werkstoffanalytik jedoch wissenschaftlich und technisch bedeutende sowie kostengünstige Lösungswege boten. Insofern diente diese analytische Methodik zur Charakterisierung von Stahlwerkstoffen zusammen mit den Verfahren der chemisch-metallkundlichen Analyse mittelbar auch dem Fortschritt in der Metallurgie und war ein Beitrag zu kostensenkenden Maßnahmen in der Analytik.

Funkenemissionsspektrometrie und metallurgischer Fortschritt

Schnell ablaufende, beeinflussbare technische Prozesse, zu denen auch die Blasstahlverfahren zählen, verlangen nach einer entsprechend schnellen, den Prozessabläufen angepassten Analytik, um steuernd oder regelnd eingreifen zu können. Das gilt besonders für die Sauerstoffblasstahlverfahren mit ihrer kurzen Chargendauer, für deren Überwachung daher minuten-schnelle, automatisierbare Analysenverfahren bereit zu stellen waren. Die Voraussetzungen zur Lösung dieser Aufgabe schufen G. Thanheiser und J. Heyes mit ihren im Jahre 1935 beginnenden Untersuchungen zur unmittelbaren photoelektrischen Bestimmung von Begleitelementen in Aluminium und Eisen [6]. Diese neue, am Kaiser-Wilhelm-Institut für Eisenforschung, dem heutigen Max-Planck-Institut, in Düsseldorf entwickelte Methode stand zum damaligen Zeitpunkt noch in Konkurrenz zu spektrographischen „Schnellverfahren“ (siehe oben), sodass daher kein zwingender Grund zur Fortsetzung der Forschung gesehen wurde. Im Gegensatz dazu wurde diese Entwicklung in den USA in den 1940er-Jahren erfolgreich fortgeführt, aus der die ersten kommerziellen Emissionsspektrometer mit Funkenanregung (Quantometer) resultierten [7]. In Europa dürfte das erste „Quantometer“ um das Jahr 1950 in der Aluminiumhütte Chippis/Schweiz aufgestellt worden sein, während in Deutschland das erste Spektrometer dieser Art im Jahre 1953 in einem Edelstahlwerk in Betrieb genommen wurde. Erst die Schaffung dieser „direkt registrierenden Spektrographen“ ermöglichte die prozessorientierte Überwachung der Blasstahlverfahren und ist als wesentliche Voraussetzung für die Entwicklung der modernen Stahlherstellungsverfahren (erste industrielle Anwendung der Sauerstoffaufblasverfahren: LD-Verfahren 1953, LDAC-Verfahren 1958) und damit für ein neues Zeitalter der Stahlherstellung zu betrachten (Tabelle 3).

Allerdings konnte mit diesen Spektrometern der ersten Generation, bei denen die Analysenfunkt-strecke von Luft umgeben war, weder Kohlenstoff noch Schwefel und Phosphor nur mit Einschränkung

wegen der Absorption der Hauptnachweislinien in Luft bestimmt werden. Der durchschlagende Erfolg gelang mit der Schaffung der Vakuumspektrometer (1956), bei denen der Analysenfunk in einer Edelgasatmosphäre „brennt“ und der optische Teil des Spektrometers evakuiert ist, wodurch der Spektralbereich unterhalb von 200 Nanometer nutzbar und damit die Bestimmung der genannten Elemente möglich wird (Bild 4). Der technische und wirtschaftliche Nutzen dieser spektrometrischen Verfahren liegt in Folgendem:

- Erhöhung der metallurgischen „Treffsicherheit“ (Erreichen der vorgegebenen Stahlzusammensetzung und Abstichttemperatur) und Verringerung der Anzahl von Fehlschmelzen,
- Erhöhung der Qualität der Produkte,
- Senkung der spezifischen Kosten des Schmelzbetriebes (Verringerung der Chargendauer durch kurze Analysenzeiten und der Wärmeverluste),
- Kostensenkung bei Zuschlag- und Hilfsstoffen durch Präzisionserhöhung der Analysenverfahren,
- Senkung der spezifischen Analysekosten,
- Steigerung der Produktivität des Laboratoriums, das heißt der Bestimmungen pro Mann und Zeiteinheit.

Die weitere Entwicklung in den folgenden Jahrzehnten führte von den zunächst aus mehreren Einheiten bestehenden und eine beachtliche Fläche beanspruchenden



Tabelle 3: Zeitliche Entwicklung der Funkenemissionsspektrometrie

Jahr	Name/Ort	Ereignis
1937	Thanheiser u. Heyes [6]	Direkte fotoelektrische Bestimmung der Begleitelemente in Aluminium und Stahl
1940/ 1944	Hasler et al. [7]; Applied Research Laboratories (ARL), USA	Entwicklung des ersten Emissionsspektrometers („Quantometer“)
1950	Chippis/Schweiz	Einführung der Spektrometrie in einer Aluminiumhütte
1953	Stahlwerke Südwestfalen	Erstes Spektrometer in einem deutschen Edelstahlwerk
1953	VOEST, Linz/Donawitz (Österreich)	Erste industrielle Anwendung des Sauerstoffaufblasverfahrens (LD-Verfahren)
1956	Applied Research Laboratories (ARL), USA/Schweiz	Entwicklung eines kommerziellen Vakuumspektrometers („Quantovac“)
1958		Erste industrielle Anwendung des Sauerstoffaufblasverfahrens für P-haltiges Roheisen (LDAC-Verfahren)
Ab 1963		Beginn der elektronischen Messwert- und Datenverarbeitung; in der Folge Aufbau von Steuerungssystemen und Datenbanken
Ab 1985		Aufstellung von Containerlaboratorien zur Atline-Analyse in Hochofen- und Stahlwerken

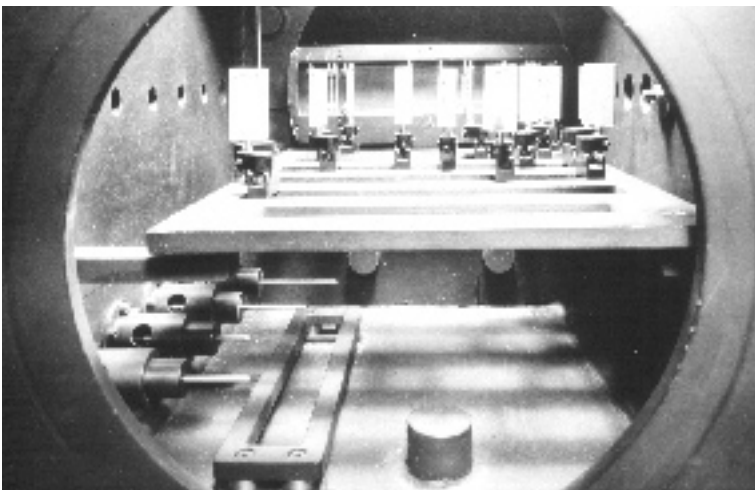


Bild 4: Vakuumspektrometer für die Analyse von Roheisen und Stahl.

Geräten (siehe Beispiel in Bild 4) zu den universell einsetzbaren, rechnergesteuerten Spektrometern in Kompaktbauweise (Bild 5), die sich mit den Begriffen Optimierung der Untersuchungsparameter, Miniaturisierung der Bauteile, Mikroelektronik und Einsatz modernster Computertechnik umschreiben lässt. So führte beispielsweise die systematische Untersuchung von Matrix- und Interelementeffekten, die Optimierung der Verfahrensparameter einschließlich der Einführung neuer Anregungstypen sowie die Beschäftigung mit dem Geschehen im Brennfleck metallischer Proben zu immer kürzeren Analysenzeiten [8]. Auf der Seite der Messwert- und Datenverarbeitung begann die Entwicklung mit relaisabgleichenden Kompensographen, die die Messwertverarbeitung und Datenfernübertragung eines Spektrometers erlaubten. Heute sorgen zentrale Computereinheiten (Bild 6) eventuell im Zusammenspiel mit Satellitenrechnern für die Überwachung und Steuerung aller Abläufe im Laboratorium. Diese Fortschritte führten schließlich zu weitgehend automatisierten analytischen Zentrallaboratorien (Bild 7) und boten die Voraussetzung für vor Ort in den Hochofen- und Stahlwerken dezentral einsetzbare und (oft) mannlos zu betreibende „Containerlaboratorien“.

Der analytische Verantwortungsbereich eines Zentrallaboratoriums beginnt an der Probenempfangsstation, die die Proben prioritätsorientiert über einen Probenverteiler den Vorbereitungsautomaten zuleitet.

Bild 5: Innenansicht eines Vakuumspektrometers (1963).



Die vorbereiteten Metallproben gelangen mittels eines Transportsystems beziehungsweise Roboters zu den Spektrometern. Die programmgesteuerte Auswahl des anzufahrenden Spektrometers orientiert sich an der Geräteverfügbarkeit, der Sollzusammensetzung der zu untersuchenden Proben, den zur Verfügung stehenden Analysenprogrammen und der Gerätekonfiguration. Ein wesentliches Element des Gesamtsystems stellt dabei das auf einem Mikrocomputer installierte Probenverfolgungssystem dar [9]. Trotz der erzielten analytischen und metallurgischen Erfolge gingen und gehen die Forderungen vor dem Hintergrund steigender Prozessautomation und der verbreiteten Anwendung sekundärmetallurgischer Maßnahmen weiter. Eine weitere Erhöhung der metallurgischen Produktivität wäre zum Beispiel durch eine verzögerungsfreie Prozessanalytik (Inline-Verfahren) denkbar. Allerdings haben die zur Inline-Analyse von Schmelzen bisher durchgeführten zahlreichen spektrometrischen Forschungsprojekte bis heute nicht zu ausgereiften, in einem Dauereinsatz verwendbaren Betriebsverfahren geführt.

Ein erfolgreich beschrittener Weg zur Verkürzung der Analysenzeit durch Vermeidung des Probentransportes zu einem Zentrallaboratorium besteht in der Installation der erwähnten, atline betriebenen Containerlaboratorien [10]. In diesen robusten, klimatisierten Gerätekombinationen, die den Temperatur-, Staub- und Vibrationsbelastungen in Prozessnähe standhalten müssen, sind alle Einheiten, wie Probenschleifautomat, Probenmanipulator und Spektrometer mit einer Rechereinheit zur Steuerung und Datenerstellung untergebracht und im Betrieb so aufgestellt, dass sie nur wenige Meter von den Produktionseinheiten entfernt sind. Auf die Probleme und die Technik der Probenahme und der Probenvorbereitung im Zusammenhang mit dem Einsatz spektrometrischer Verfahren kann an dieser Stelle nicht eingegangen werden. Hier sei lediglich darauf verwiesen, dass sich bei der Probenvorbereitung der Roheisen- und Stahlproben eine der Spektrometrie analoge Entwicklung der weitgehenden Automatisierung vollzogen hat. Diese Aufgaben werden heute von multifunktionalen Fräs- und Schleifautomaten erledigt, denen die Proben programmgesteuert zugeführt und nach der Bearbeitung – ohne menschlichen Eingriff – rechnergesteuert zu den Spektrometern weitergeleitet werden.

Zur gleichen Zeit, als mit der verbreiteten Anwendung der Emissionsspektrometrie ein neues Kapitel industrieller Analytik in der Stahlindustrie begann, wurde von verschiedenen Arbeitsgruppen der Gedanke von A. Lielegg wieder aufgegriffen und versucht, das damals vorherrschende Blasstahlverfahren, den Thomasprozess, direkt und online zu überwachen und den Endpunkt des Frischens spektroskopisch zu bestimmen. Dadurch sollte der aufwändige und Zeit raubende Prozess der Probenahme und Probenvorbereitung vermieden werden. Ein Verfahrensvorschlag beruhte darauf, das Flammenspektrum spektroskopisch auszuwerten, ein anderer den während des Prozesses aus dem Konverter

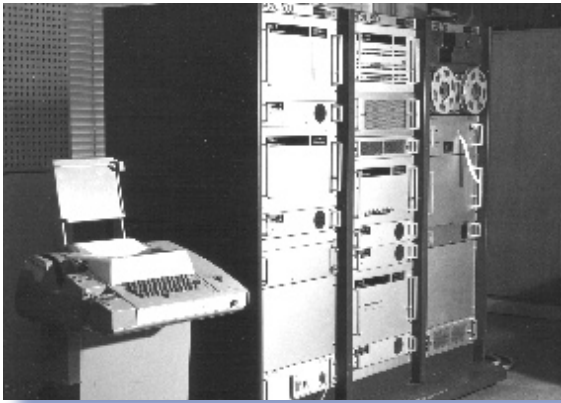


Bild 6: Zentralrechner eines Stahlwerklaboratoriums (1970).

entweichenden Staub kontinuierlich spektroskopisch zu analysieren. Wegen der Beeinflussung des Staubes durch die Schmelze und die Schlackenphase konnte aber keine völlig eindeutige Zuordnung der erhaltenen Messwerte zu dem metallurgischen Zustand der Schmelze getroffen werden. So blieb die Optimierung und Automatisierung der spektrometrischen Verfahren, die weiterhin eine repräsentative Probenahme erfordern, das erklärte Ziel der Analytiker.

Emissionsspektrometrie und Qualitätssicherung

Die chemische Untersuchung der Roh- und Hilfsstoffe für die Roheisen- und Stahlerzeugung gehören wie die spektrometrische Prüfung der Zwischen- und Endprodukte zu den qualitätssichernden Maßnahmen eines Unternehmens. Die Ergebnisse der analytischen Untersuchungen sind ein Teil der Messergebnisse und Beurteilungskriterien, die in das Qualitätsmanagementsystem des Unternehmens einfließen und mit zu einer koordinierten Qualitätssicherung beitragen. Dabei bietet die Automatisierung spektrometrischer Verfahren die Möglichkeit zur Vermeidung oder erheblichen Reduzierung von individuellen (menschlichen) Fehlern und leistet damit einen Beitrag zur Qualitätssicherung der spektrometrischen Analyseergebnisse. Außer den lückenlos im Rahmen eines Qualitätsmanagementsystems durchgeführten und dokumentierten Analysen gibt es eine Reihe weiterer der Qualitätssicherung dienenden analytischen Maßnahmen. Dazu zählen zum einen ortsfeste, beispielsweise in der Adjustage von Walzwerken installierte Spektrometersysteme, die eine Qualitätsprüfung nach vorgegebenen Kriterien im Stofffluss ermöglichen, und zum anderen mobile Spektrometer für die ortsunabhängige Qualitätsprüfung und zur schnellen Sortierung nach Güteigenschaften, die in wenigen Sekunden die Identität eines Werkstoffes zu bestimmen gestatten. Dieses Anwendungsgebiet der Emissionsspektrometrie blickt zwar auf eine mehr als 65-jährige Geschichte zurück (siehe oben), doch erst der Einsatz der Lichtleitertechnik erlaubte in neuerer Zeit die befriedigende Lösung der ortsunabhängigen

Qualitätsprüfung mittels spektrometrischer Multielementverfahren. Die auf diese Weise ausgeführten Analysen sind als ergänzende qualitätssichernde Maßnahmen zu betrachten, die die Erreichung eines Produktionszieles bestätigen oder die eindeutige Zuordnung eines Produktes zu einer Schmelze oder einer Werkstoffsorte ermöglichen sollen. Während die ortsfest installierten Prüfstände Einzelfälle darstellen, haben mobile Spektrometer für die Vor-Ort-Analyse eine weite Verbreitung erfahren und der Funkenemissionsspektrometrie ein weites Anwendungsgebiet in der Stahl- und NE-Metallindustrie erschlossen.

Fazit

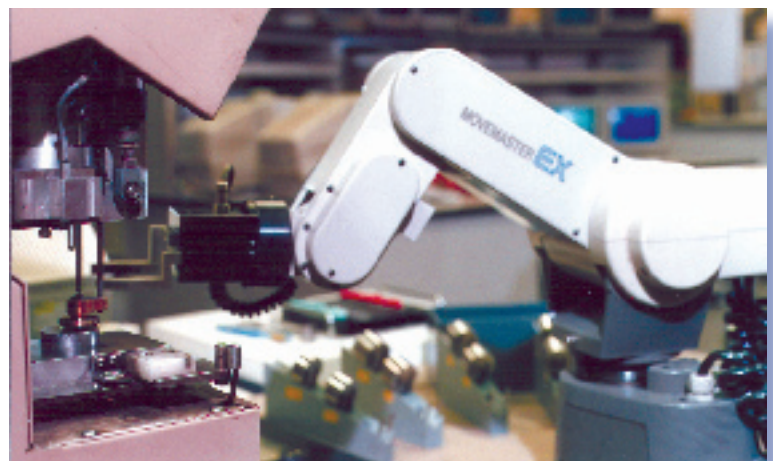
Die Emissionsspektroskopie ist als Wegbereiter für die Entwicklung moderner Stahlherstellungsverfahren zu betrachten. Teilweise sind metallurgische Verfahren durch die Bereitstellung prozessgerechter und zeitkritischer spektrometrischer Methoden erst ermöglicht worden. Die technische und wirtschaftliche Bedeutung der Emissionsspektrometrie ist ferner darin zu sehen, dass sie einen wesentlichen Beitrag zur Rationalisierung der analytischen Aufgaben in der Stahl- und NE-Metallindustrie geleistet hat und leistet und erheblich zur Produktionslenkung und Qualitätssicherung in den Betrieben beiträgt.

Literatur

- [1] K.H. Koch: CLB Chem. Lab. Biotechn. 52 (2001), H. 3, 88; H. 4, 128.
- [2] H.E. Roscoe: Proc. Lit. A. Phil. Soc. Manchester 3 (1863), 57.
- [3] A. Lielegg: Wiener Ber. 55/II (1867), 153 u. 56/II (1867), 24.
- [4] L.C. Glaser: Stahl u. Eisen 40 (1920), Nr. 3, 73.
- [5] H. Kaiser: Stahl u. Eisen 61 (1941), Nr. 2, 35.
- [6] G. Thanheiser, J. Heyes: Arch. Eisenhüttenwes. 11 (1937/38), 31.
- [7] M.F. Hasler, H.W. Dietert: J. opt. Soc. America 34 (1944), 751
- [8] K. Slickers: „Die automatische Atom-Emissions-Spektalanalyse“. Brühlsche Universitätsdruckerei, Gießen, 2. Ausg. (1992)
- [9] K.H. Koch: Chem. Lab. Biotechn. 46 (1995), H. 7, 322; H. 8, 382.
- [10] K.H. Koch, J. Flock: Stahl u. Eisen 116 (1996), Nr. 10, 71.



Bild 7: Automatisiertes Spektrometer in einem Blastahlwerk.



Der Heilige Lukas unter Neutronenbeschuss

Uta Neubauer

Gemälde in einem Reaktor mit Neutronen zu bestrahlen ist ungewöhnlich, aber aufschlussreich. Die Neutronenaktivierung mit anschließender Autoradiografie offenbart nicht nur, welche Pigmente der Künstler wo verwendet hat. Kunsthistoriker können auch einen Blick unter die Gemäldeoberfläche werfen: Vorzeichnungen, Korrekturen und Übermalungen zeigen den Entstehungsprozess eines Bildes. Niederländische Wissenschaftler nutzten die Autoradiografie sogar, um ein Gemälde aus dem 17. Jahrhundert am Computer zu restaurieren.

Als der niederländische Maler Hendrick ter Brugghen (1588-1629) die vier Evangelisten porträtierte, wies er jedem von ihnen eine Farbe zu: Den Heiligen Johannes kleidete er in ein grünes Gewand, Markus in ein rotes. Matthäus trägt gelb und Lukas blau. Ter Brugghen wählte die Farben, Paare von Komplementärfarben, nicht wegen ihrer symbolischen Bedeutung, sondern um der Serie der vier Einzelporträts einen Zusammenhalt zu geben. Der ist mittlerweile allerdings dahin. Denn klar und leuchtend sind heute nur noch die Umhänge von Matthäus, Markus und Johannes. Der einst blaue Mantel des Heiligen Lukas ist im Laufe der Zeit verschlissen (Abbildung 1). Verloren hat sich auch das Spiel von Hell und Dunkel, neben kräftigen Farben ein weiteres Stilmerkmal Ter Brugghens: Den einst so prächtigen Faltenwurf kann der heutige Betrachter nur noch erahnen. An einigen Stellen von Lukas Umhang schimmert sogar der Untergrund durch (Abbildung 2). Es scheint, als hätte sich die blaue Farbe abgerieben. Doch der Eindruck täuscht. Das Pigment ist noch da, hat aber im Laufe der Jahre seine chemische Struktur geändert. Mit der Alterung wurde es grau, im schlimmsten Fall durchsichtig.

Nicht jedes Blau wird grau

Wie viele Künstler seiner Zeit verwendete Ter Brugghen das blaue Pigment Smalte, ein mit Cobalt-



Die Autorin:

Dr. Uta Neubauer ist freie Wissenschaftsjournalistin. Sie studierte Chemie in Hamburg und Oldenburg, promovierte an der ETH Zürich über Schwermetalle in Böden und lebt jetzt in Frankfurt am Main.

arsenat gefärbtes, kaliumreiches Glas in Pulverform. Hätte er sich bloß für ein anderes Blaupigment entschieden, der Umhang des Heiligen Lukas könnte heute noch wie neu aussehen. So wie die Gewänder der Madonnen auf Gemälden der Renaissance- und Barockzeit, deren Maler Ultramarin verwendeten. Doch dieses Pigment – ein Aluminium-Silicat der Formel $\text{Na}_4[\text{Al}_3\text{Si}_3\text{O}_{12}]\text{S}_3$, das seine blaue Farbe dem Trisulfid-Ion verdankt – war Ter Brugghen wohl zu teuer. Einziger Ausgangsstoff für Ultramarin war der Halbedelstein Lapislazuli und der wiederum musste eigens aus Afghanistan – jenseits des Meeres (lat. *ultra marinus*) – importiert werden. Erst als gute 200 Jahre später, um 1830, die künstliche Herstellung gelang – aus Kaolinit, Soda, Schwefel, Quarz und Holzkohle – sank der Preis für Ultramarin. Weiter verbreitet in Europa war Azurit, $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, das in sehr reiner Form in ungarischen Kupferminen vorkam. Doch Anfang des 17. Jahrhunderts, als Ter Brugghen die vier Evangelisten malte, stiegen auch die Preise von Azurit. Die Türken hatten die ungarischen Kupferminen besetzt, Azurit wurde knapp in Westeuropa.

So kam es, dass sich der niederländische Künstler für Smalte entschied. Smalte ist ein synthetisches Pigment, einfach herzustellen und daher kostengünstig. Erst 75 Jahre nach Ter Brugghens Tod bekam Smalte Konkurrenz: Eigentlich auf der Suche nach Karmin kochte der Alchemist Diesbach Zutaten wie Tierblut, Kali- und Eisensalze – und entdeckte Berliner Blau ($\text{Fe}[\text{Fe}^{3+}\text{Fe}^{2+}(\text{CN})_6]_3$).

Smalte unter dem Mikroskop

Um einige Nachteile von Smalte wussten schon Ter Brugghen und seine malenden Zeitgenossen: Zerstieß man das gläserne Pigment zu fein, verlor es an Farbigkeit. Das grobe Pigment mussten die Maler mit viel Bindemittel vermischen, um es überhaupt verarbeiten zu können. Die Deckkraft von Smalte ließ zu wünschen übrig. Doch dass das Blau mit der Zeit verblasst, ahnte Ter Brugghen nicht.

Die Entfärbung ist ein langwieriger Prozess, dessen Mechanismus niederländische Wissenschaftler erst kürzlich aufklärten. Chemiker um Jaap Boon vom Institut für Atom- und Molekülphysik (AMOLF) in Amsterdam haben Smalte-Proben aus fünf Gemälden des 16. Jahrhunderts analysiert. Unter dem Mikroskop sahen sie sowohl Smalte-Partikel, die ihre blaue Farbe vollkommen verloren hatten, als auch solche,



Abbildung 1: Zwei Bilder aus der Porträtsérie „Die vier Evangelisten“ von Hendrick ter Brugghen (1621): Der Heilige Lukas (links) und der Heilige Markus. Im Laufe der Jahrhunderte ist das Gewand von Lukas stark verblichen. Schuld ist die Alterung des blauen Pigments (Abbildungen: Atelier voor Restauratie en Research van Schilderijen, Amsterdam & Historisch Museum ‚de Waag‘, Deventer).

die noch einen blauen Kern besaßen und nur am Rand ausgebleicht waren (Abbildung 3).

Smalte verdankt seine blaue Farbe einem Cobalt-Komplex. Hatten die Cobalt-Ionen im Laufe der Jahrhunderte die Glasmatrix verlassen? Oder hatten ungünstige Umweltbedingungen wie eine zu hohe Luftfeuchtigkeit gar zu einer Zerstörung der Glasmatrix geführt? Schuld an der Entfärbung könnte auch Kalium sein. Aus der Glaschemie weiß man, dass mit Cobalt gefärbte Gläser um so blauer sind, je mehr Kalium sie enthalten.

Insgesamt 22 Proben aus den fünf Gemälden nahmen Boon und seine Mitarbeiter genauer unter die Lupe. Mit dem Rasterelektronenmikroskop gekoppelt an die Röntgenmikroanalyse – die durch den Elektronenstrahl angeregten Atome geben eine charakteristische Röntgenstrahlung ab, mit der die Wissenschaftler die Elemente semiquantitativ erfassen konnten – bestimmten sie die räumliche Verteilung der Elemente in den Pigmentpartikeln. In allen so untersuchten Proben fanden sie wie erwartet hohe Gehalte an Silicium sowie geringere an Cobalt, Arsen, Eisen und Kalium. Aufschlussreich war, dass die Blaufärbung von der Kaliumkonzentration abhing: Die entfärbten Randbereiche der Smalte-Teilchen enthielten deutlich weniger Kalium als die blauen Kerne. Die Cobalt-Konzentration hingegen variierte kaum.

Eine Probe analysierten die Forscher um Boon außerdem mit der Sekundärionenmassenspektrometrie. Wiederum fanden sie keine Anzeichen dafür, dass sich Cobalt im Laufe der Zeit verlagert hatte. Kalium aber konnten sie auch in der Umgebung der Smalte-Partikel nachweisen. Es musste – da die anderen Pigmente und Malmaterialien natürlicherweise kein Kalium enthielten – aus der Glasmatrix stammen. Doch warum verschwindet mit Kalium auch die blaue Farbe? Jaap Boon erklärt das Phänomen mit der Komplexchemie von Cobalt.

Smalte wird sauer und verblasst

Seinen Blauton verdankt Smalte den tetraedrisch von Sauerstoff-Atomen umgebenen Cobalt(II)-Ionen. In diesem Komplex entsprechen die Abstände der Energieniveaus von Cobalt der Energie von rotem und grünem Licht, das daher absorbiert wird. Blaues Licht hingegen wird reflektiert. Glaschemiker nutzen diese Reaktion zur Untersuchung der Säure-Base-Eigenschaften von Gläsern: Nur mit basischen Gläsern bildet das Cobalt-Ion den blauen tetraedrischen Komplex.

Die geringe Pufferkapazität der Ölfarben und Luftfeuchtigkeit führen dazu, dass Smalte mit der Zeit sauer wird. Denn Wasser aus der Luft reagiert mit freien Sauerstoffatomen des Silicatgerüsts. Die bei

Abbildung 2: Detailaufnahme von der Schulter des Heiligen Lukas: An einigen Stellen des Gemäldes schimmert der Untergrund durch. Das Pigment Smalte ist durchsichtig geworden (Abbildung: Atelier voor Restauratie en Research van Schilderijen, Amsterdam & Historisch Museum ‚de Waag‘, Deventer).

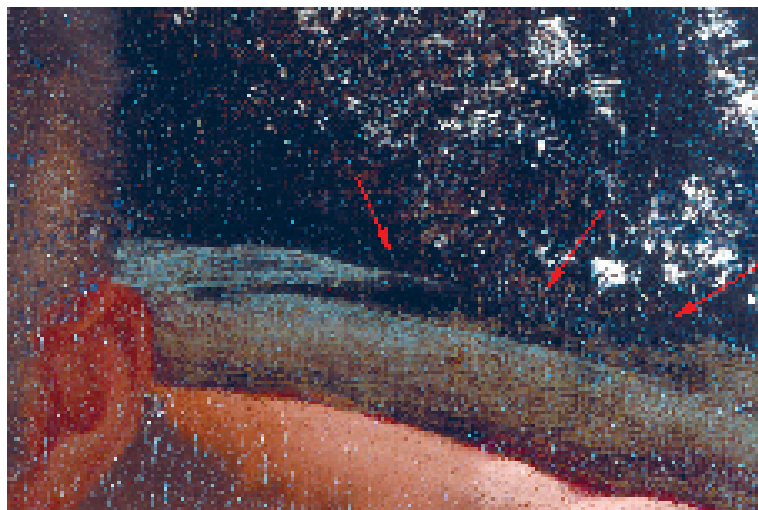
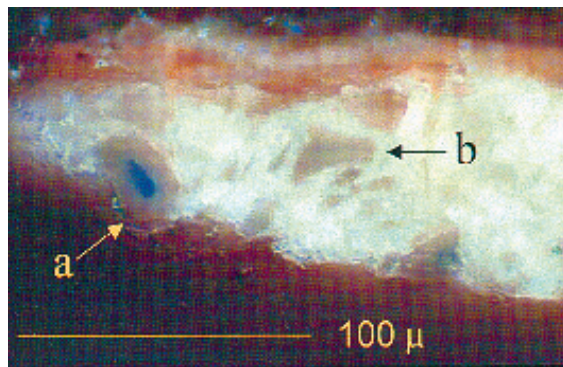


Abbildung 3:
Eine Smalte-
Probe unter dem
Mikroskop: Einige
Pigmentpartikel
(mit a markiert)
sind nur teilweise
entfärbt und
weisen noch
einen blauen Kern
auf (Abbildung:
Jaap Boon).



dieser Reaktion gebildeten Hydroxid-Ionen verlassen zusammen mit den Kalium-Ionen die Glasmatrix. Die Luftfeuchtigkeit greift nicht nur Smalte, sondern das gesamte Netzwerk der Ölfarben an, das diese während der Trocknung gebildet haben. Ester hydrolysieren und setzen Fettsäure-Gruppen frei, die wie Ionentauscher wirken und Smaltes Kalium aufnehmen. Es kann noch schlimmer kommen: Auch das freigesetzte Kaliumhydroxid hydrolysiert die Ester. Der pH-Wert kann durch diese Verseifungsreaktion bis auf neun ansteigen. Dann löst sich sogar Silicium – ein Phänomen, das Boon in den untersuchten Smalte-Proben allerdings kaum beobachtete.

In dem an Kalium verarmten Smalte nehmen Protonen die frei gewordenen Plätze ein. Damit ändert sich die Koordinationszahl von Cobalt – von vier zu sechs, von tetraedrisch zu oktaedrisch. Die Energieniveaus verschieben sich, mit der Folge, dass Smalte blaues Licht jetzt nicht mehr selektiv reflektiert.

Die Autoradiografie des Heiligen Lukas

Wie Boon und seine Kollegen zeigten, ist Cobalt, da es sich nicht verlagert, ein Marker für Smalte. Das heißt: Wo Cobalt ist, ist auch Smalte. Eine Methode, mit der man Cobalt und andere Elemente

Abbildung 4: „Der Evangelist Lukas“ kurz vor der Neutronenaktivierung im Kernforschungszentrum in Petten (Abbildung: NRG).



nachweisen kann, ohne dem Bild Pigmentproben entnehmen zu müssen, ist die Neutronenaktivierung mit anschließender Autoradiografie. Als der Heilige Lukas seinen Aufenthaltsort, ein Museum in Deventer, verlassen musste, um eine Reise in eine Amsterdamer Restaurierungswerkstatt anzutreten, bat der niederländische Kunsthistoriker Joris Dik um einen Umweg über Petten. In Petten betreibt die NRG (Nuclear Research & Consultancy Group) einen Forschungsreaktor. Hier sollte dem Heiligen Lukas eine außergewöhnliche Behandlung widerfahren: Dik und seine Kollegen, der Restaurator Milko Den Leeuw vom Amsterdamer „Atelier für Restaurierung und Erforschung von Gemälden“ (ARR, Atelier voor Restauratie en Research van Schilderijen) und der Neutronenexperte Wilko Verbakel, wollten den alten Herrn für etwa zehn Minuten mit Neutronen beschießen (Abbildung 4).

Die Behandlung ist quasi zerstörungsfrei: Einige wenige Atome der Pigmente – nur ein bis vier von 10^{14} Kernen – fangen Neutronen ein und werden dadurch radioaktiv. Cobalt zum Beispiel, das in der Natur ausschließlich als Cobalt-59 vorkommt, bildet instabiles Cobalt-60.

Auf den Beschuss mit Neutronen folgt die Autoradiografie. Die instabilen Isotope zerfallen zu stabilen Elementen: Cobalt-60 zu nicht mehr radioaktivem Nickel-60. Die dabei emittierte β -Strahlung lässt man auf Fotoplatten oder -filme treffen, die mit speziellen Folien ausgerüstet sind. Sie reflektieren die β -Teilchen und verstärken so die Schwärzung der Platte oder des Films. Das Ergebnis der Autoradiografie ist eine Karte der Elementverteilung, deren Grauwerte den Elementkonzentrationen entsprechen.

Das Pigment Smalte eignet sich besonders gut für diese Untersuchungsmethode, da es neben Cobalt auch Autoradiografie-taugliches Arsen enthält. Das durch Neutroneneinfang gebildete radioaktive Arsen-Isotop zerfällt mit einer Halbwertszeit von etwas mehr als 26 Stunden zu Selen. Die Halbwertszeit von instabilem Cobalt hingegen beträgt mehr als fünf Jahre. Diese Unterschiede in den Halbwertszeiten machen es möglich, die Verteilung der beiden Elemente getrennt zu messen. Die Autoradiografie einen Tag nach dem Neutronenbeschuss aufgenommen zeigt alleine die Arsenverteilung (Abbildung 5). Deutlich zeichnete sich Lukas' Umhang auf weißem Grund ab. Dik und seine Kollegen waren begeistert, sie sahen jeden Pinselstrich – deutlicher als auf dem Originalgemälde.

Um die Cobalt-Verteilung zu erkennen, mussten die Wissenschaftler wegen der längeren Halbwertszeit noch etwas warten. Erst zehn Tage nach der Aktivierung begannen sie mit der Aufnahme des Cobalt-Bildes. Da Cobalt weniger β -Teilchen emittiert als Arsen, bestrahlten sie den Film länger, nicht nur einen Tag wie im Fall von Arsen, sondern vier Monate. In dieser Autoradiografie sahen sie außer Cobalt auch andere Elemente, insbesondere Phos-

phor (Halbwertszeit 14,3 Tage) aus dem Pigment Beinschwarz, das Ter Brugghen im Hintergrund verwendete. Um die strahlenden Elemente identifizieren zu können, misst man parallel zur Schwärzung der Platte die elementsspezifische γ -Strahlung mit einem Germaniumdetektor.

Die Autoradiografie offenbart, was unter der Bildoberfläche liegt

Die von Cobalt ausgehende β -Strahlung hat eine geringe Reichweite. Die Cobalt-Aufnahme zeigt daher nur Smalte an der Oberfläche des Gemäldes. Die von Arsen emittierten β -Teilchen hingegen sind energiereicher und durchdringen Gemäldeschichten. Die Arsen-Autoradiografie enthüllt daher, was unter der obersten Malschicht des Gemäldes liegt; Korrekturen und Übermalungen werden sichtbar. In der Autoradiografie des Gemäldes vom Heiligen Lukas erkannten die Kunsthistoriker zum Beispiel, dass Ter Brugghen den Umhang zunächst nicht so üppig angelegt, aber während des Malprozesses mindestens zweimal vergrößert hatte.

Nicht nur Cobalt, Arsen und Phosphor können die Wissenschaftler mit der Autoradiografie nachweisen, sondern alle Elemente, die radioaktive Isotope mit einer hinreichend kurzen Halbwertszeit bilden. Dazu gehört Quecksilber (mit einer Halbwertszeit von 64,1 Stunden) aus Zinnober ebenso wie Kupfer (Halbwertszeit 12,7 Stunden) aus Azurit oder Mangan (Halbwertszeit 2,6 Stunden) aus Umbra. Die von Mangan emittierte Strahlung eignet sich besonders, um die Arbeitsweise eines Künstlers und die Entstehungsgeschichte eines Bildes zu erkennen. In Umbra legten die alten Meister ihre Gemälde an, zeichneten Umrisse vor und skizzierten Schatten. Wie die Mangan-Autoradiografie des Heiligen Lukas, aufgenommen gute zwei Stunden nach der Neutronenaktivierung, zeigte, orientiert sich die endgültige Fassung – abgesehen von kleineren Korrekturen – stark an der Vorzeichnung.

Hilfreich für die Autoradiografie des Heiligen Lukas war, dass die Restauratoren um Den Leeuw den vergilbten Firnis sowie alte Retuschen entfernt hatten. Beides hätte die Qualität der Autoradiografie verschlechtert. Zum einen hätten diese Schichten die emittierte β -Strahlung geschluckt und so die Autoradiografie-Signale geschwächt. Zum anderen enthalten alte Retuschen oft eine Vielzahl an Pigmenten mit Elementen wie Cadmium, die Isotope mit langen Halbwertszeiten bilden.

Rembrandt & Co im Hahn-Meitner-Institut

Die Autoradiografie von Kunstwerken ist keine neue Methode. Bereits 1966 ließ das New Yorker Metropolitan Museum of Art Gemälde im Forschungsreaktor in Brookhaven analysieren. Dennoch findet das

Verfahren bislang nur beschränkten Einsatz in der Gemäldeanalyse. Im Gegensatz zu Röntgen-Radiografie oder Infrarot-Reflektografie, die mittlerweile jede größere Gemäldegalerie selbst durchführt, bedarf es für die Neutronenaktivierungsanalyse eines Reaktors, der die Neutronenstrahlung erzeugt.

„Die Kunstwerke sollten keine langen Strecken zurücklegen müssen,“ erläutert die Physikerin Birgit Schröder-Smeibidl vom Hahn-Meitner-Institut (HMI) in Berlin. Zu leicht könnten die Gemälde durch den Transport Schaden nehmen. Die Physikerin betreut eine Strahlungseinrichtung am Berliner Neutronenstreuungszentrum (BENSC, Berlin Neutron Scattering Center), das dem HMI angegliedert ist. Etwa 70 Prozent der Strahlzeit des Reaktors stehen externen Auftraggebern zur Verfügung. Einer von ihnen ist die Gemäldegalerie Berlin. Seit knapp zwanzig Jahren arbeitet das HMI mit dem Museum zusammen.

Eines der ersten gemeinsamen Projekte war die Untersuchung des Gemäldes „Der Mann mit dem Goldhelm“ (Abbildung 6 und 7). Auf die Frage, ob es sich hier um einen „echten Rembrandt“ handelte, fanden die Mitarbeiter der Gemäldegalerie mit haus-eigenen Untersuchungsmethoden keine eindeutige Antwort. So kamen sie auf die Idee mit der Autoradiografie. Zahlreiche Bilder Rembrandts und zum Vergleich auch die seiner Schüler bombardierten die Wissenschaftler mit Neutronen, um dann zu dem Schluss zu kommen, dass „Der Mann mit dem Goldhelm“ nicht von Rembrandt stammen konnte: Zu kräftig war der Pinselstrich.

Der Wert der Methode war erkannt und Rembrandt folgten andere Künstler. Dabei geht es nicht nur darum, die Echtheit von Bildern zu überprüfen. In Tizians (eigentlich Tiziano Vecellio, 1488/90 bis 1576) „Mädchen mit Fruchtschale“ (1555) entdeckten die Wissenschaftler dank Autoradiografie unter dem eigentlichen Bild bei Drehung um 180 Grad noch ein anderes: eine Frau, auf einem Stuhl sitzend. (Schon in der Röntgen-Radiografie war unter der Oberfläche das Porträt eines Mannes zum Vorschein gekommen.)

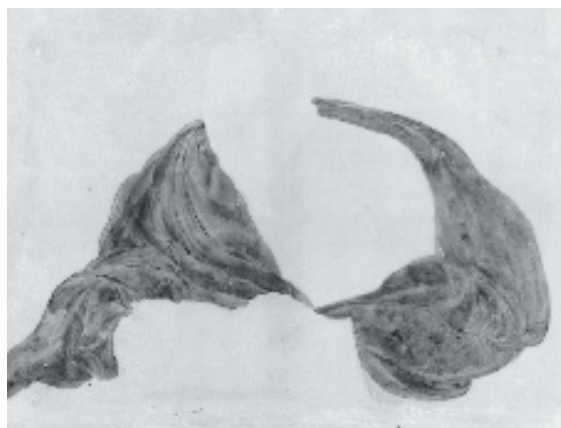


Abbildung 5: Die Autoradiografie des Gemäldes „Der Evangelist Lukas“, aufgenommen einen Tag nach der Neutronenaktivierung, zeigt die Arsen-Verteilung (Abbildung: Laboratorium voor Kristallografie, Universiteit van Amsterdam & NRG, Petten).

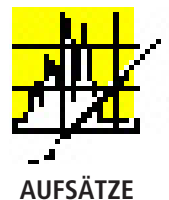




Abbildung 6: „Der Mann mit dem Goldhelm“ im Berliner Hahn-Meitner-Institut: Eingespannt in eine Vorrichtung kann das Bild horizontal und vertikal bewegt werden. Die Neutronen, die durch eine schmale Öffnung aus einem Strahlrohr austreten, bestrahlen nach und nach die gesamte Bildfläche (Abbildung: HMI).

Abbildung 7: Die Autoradiografie des Gemäldes „Der Mann mit dem Goldhelm“: Man erkennt die Kanten von vier Filmen, die die Eigenstrahlung des Bildes aufgezeichnet haben. Die strahlenden Elemente waren Kupfer im Federbusch des Helms, Arsen in Hintergrund und Brustwams sowie Phosphor in Hintergrund und Linien der Kleidung, die teilweise zur Vorzeichnung gehören. Ein Teil des Helms wurde abgedeckt. Hier liegt eine besonders dick aufgetragene Farbschicht, die den Film undifferenziert geschwärzt hätte (Abbildung: HMI).

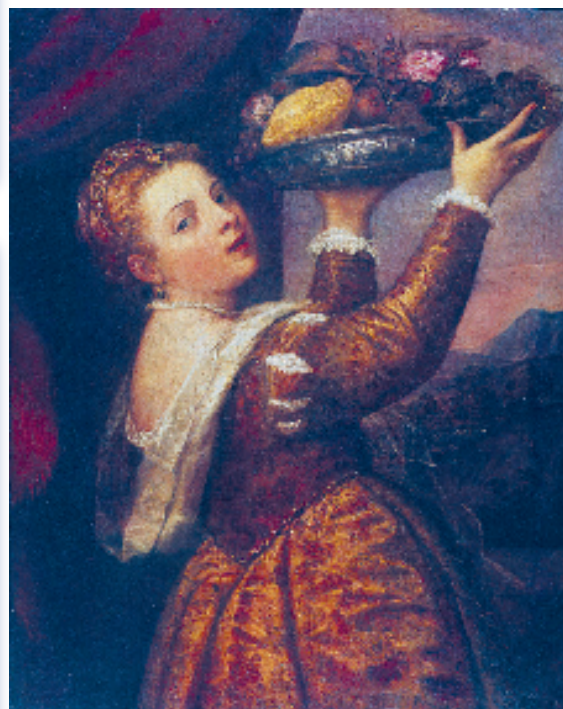


Abbildung 8: Die Autoradiografie des Gemäldes „Mädchen mit Fruchtschale“: Deutlicher als auf dem Originalgemälde (ganz rechts) zeigt sich das Brokatmuster des Kleides. In der linken oberen Ecke kommt eine Frau zum Vorschein, die auf einem Stuhl sitzt. Bei Drehung um 180 Grad (und mit etwas Fantasie) erkennt man Stuhlbein sowie Arm und Ellbogen der Frau (Abbildung: HMI).



Tizians Mädchen trägt ein aufwendig gemustertes Kleid. Deutlicher als auf dem Gemälde zeigte sich dieses Muster in der Autoradiografie, da das Kleid selbst, gemalt mit einem Blei- und Zinnhaltigem Pigment, sich nicht mit Neutronen anregen ließ (Abbildung 8). Nun sahen die Kunsthistoriker, dass Tizian das Muster aus freier Hand gemalt hatte und nicht wie bislang angenommen mit Schablonen. Eine weitere Überraschung barg die Auswertung der γ -Spektren, mit der die Wissenschaftler die Pigmente identifizierten. Neben Arsen, das aus rotem Realgar (As_2S_2) sowie gelbem Auripigment (As_2S_3) stammte, fanden sie erstaunlicherweise auch Antimon – und damit einen Hinweis darauf, dass Tizian Neapelgelb, ein Bleiantimonat der Formel $Pb_2Sb_2O_7$, verwendet hatte. Eine kleine Sensation für die Berliner Kunsthistoriker, die bis dahin angenommen hatten, dass Tizian dieses Pigment nicht einmal bekannt war.

Etwa vier Projekte bearbeitet die Physikerin Schröder-Smeibidl zusammen mit Mitarbeitern der Gemäldegalerie pro Jahr. Eine Zusammenarbeit, die in Deutschland ebenso einzigartig ist wie die von Dik, Verbakel und Den Leeuw in den Niederlanden. Zur Zeit weilt „Der Trinker“ von Jan Lievens (1607 bis 1674), Rembrandts genialem Jugendfreund, im HMI. Lievens, der bereits mit neun Jahren wie ein Genie malte, teilte einige Jahre (von etwa 1625 bis 1629/30) ein Atelier mit Rembrandt. Hat Rembrandt seinen Stil beeinflusst? In der Autoradiografie von „Der Trinker“, dessen Entstehung auf kurz nach 1630 geschätzt wird, wollen die Wissenschaftler nach Gemeinsamkeiten in der Arbeitsweise von Lievens und Rembrandt suchen, werden zum Beispiel Vorzeichnungen und Pinselführung vergleichen.



Ein Kunsthistoriker im Labor für Kristallografie

Joris Dik, gelernter Kunsthistoriker, promovierte kürzlich im Fachbereich Chemie der Universität Amsterdam. Die digitale Restauration des Heiligen Lukas ist ein Kapitel seiner Doktorarbeit. Ein Kunsthistoriker im Labor für Kristallografie – ob das wohl gut gehe, fragte sich Doktorvater Henk Schenk, als Joris Dik mit seiner Doktorarbeit begann. Es ging so gut, dass Dik sich heute selbst als Chemiker sieht und den Naturwissenschaften treu bleibt. Seit Februar diesen Jahres ist er Dozent an der Technischen Universität von Delft. Am Institut für Werkstoffkunde baut er einen neuen Lehr- und Forschungszweig zur technischen Analyse von Kunstwerken auf. Joris Dik wird in Delft ein zweijähriges Aufbaustudium über Werkstoffe in der bildenden Kunst ins Leben rufen, das sich an Naturwissenschaftler richtet. Möge es eine Brücke sein zwischen Chemie und Kunst!

Dem Laien mag nicht geheuer sein, dass Gemälde, die er aus nächster Nähe im Museum betrachtet, vorher im Reaktor zu radioaktiver Strahlung angeregt wurden. Anlass zur Sorge besteht indes nicht. Eine Restaktivität ist zwar noch vorhanden, wenn die Bilder ins Museum zurückkehren – ausgehend von Radioisotopen mit einer langen Halbwertszeit wie Cobalt – doch bedeutet sie keine Gefahr mehr. Als der Heilige Lukas viereinhalb Monate nach der Neutronenaktivierung in die Werkstatt der Restauratoren zurückkehrte, war seine Radioaktivität geringer als die Hintergrundstrahlung des Universums.

Mit maximal 10^9 Neutronen pro Quadratcentimeter und Sekunde bestrahlen die Wissenschaftler in Petten und Berlin die Gemälde. Insgesamt unterlag der Heilige Lukas einem Beschuss von 2×10^{12} Neutronen pro Quadratcentimeter; eine geringere Bestrahlung hätte für die Autoradiografie nicht ausgereicht. Eine Gefahr für die Kunstwerke besteht nicht: Selbst ein 50fach höherer Neutronenbeschuss schadet den Gemälden nicht, wie Untersuchungen in Brookhaven zeigten.

Der Heilige Lukas im neuen Gewand

Joris Dik nutzte die Autoradiografie nicht nur, um Smalte in dem Gemälde von Ter Brugghen nachzuweisen, sondern auch, um Lukas' Umhang die ursprüngliche Farbe zurückzugeben. Nun griff Dik nicht zum Pinsel, sondern öffnete das Programm Adobe Photoshop. Die Filme der Autoradiografie und das Gemälde hatte er digitalisiert. Als Grundlage für die Restauration am Bildschirm wählte er die Arsen-Autoradiografie, die außer dem Umhang nichts zeigte. Nun wollte er das Grau der Autoradiografie in das ursprüngliche Blau umrechnen. Doch

wie blau war Ter Brugghens Smalte? Chemiker vom Labor für Kristallografie der Universität Amsterdam und vom Labor für Festkörper- und Materialchemie der Technischen Universität Eindhoven stellten das Pigment nach einem historischen Rezept her. Aus Reflektionsspektren berechnete Dik dann die Farbkoordinaten von Smalte, die jeweiligen Anteile an Rot, Grün und Blau, mit denen er den richtigen Ton in der digitalen Palette definieren konnte.

Joris Dik ist sich bewusst, dass die Methode ihre Tücken hat. Auch Arsen, das unter der sichtbaren Oberfläche liegt, schwärzt den Film. Das aber bedeutet, dass die ursprüngliche Intensität von Ter Brugghens Blau auf der Gemäldeoberfläche nicht direkt proportional ist zu der gemessenen Arsenkonzentration. Aus den Daten lässt sich nicht direkt schließen, wie der Grauton in den Blauton umzurechnen ist. Welchem Blau entspricht das hellste Grau? Und wie knallig war das Blau ursprünglich dort, wo die Strahlung den Film am stärksten geschwärzt hat? Als Näherung legten Dik und seine Kollegen dem Verhältnis von Arsen-Signal zu Blausättigung eine lineare Funktion zu Grunde.

Den halben Mantel von Lukas färbte Dik am Computer ein und kopierte ihn anschließend auf ein digitales Foto des Gemäldes. Das Ergebnis ist beeindruckend und lässt den heutigen Betrachter ahnen, wie das Bild einst gewirkt hat (Abbildung 9). Die Alterung von Smalte ist nicht die Ausnahme, sondern die Regel. Das sollte jeder Museumsbesucher im Hinterkopf behalten. Manch verhangener Himmel könnte einst strahlend blau gewesen sein.

Abbildung 9: Die virtuelle Restauration des Heiligen Lukas: Das Computerbild zeigt links den digital eingefärbten Umhang, rechts die heutige Fassung des Gemäldes (Abbildung: Laboratorium voor Kristallografie, Universiteit van Amsterdam & NRG, Petten).



AUFsätze

Probenmanipulation verhindern

Mario Thevis und Wilhelm Schänzer, Köln

Das Aufgabengebiet der Dopinganalytik beinhaltet den Nachweis einer Vielzahl von Substanzen, wie beispielsweise Stimulanzien, anabole Wirkstoffe, Diuretika und Betarezeptorenblocker. Die Doping-Definition des Internationalen Olympischen Komitees (IOC) besagt, dass *Doping ... die Verwendung von Substanzen aus den verbotenen Wirkstoffgruppen und die Anwendung verbotener Methoden* ist [1, 2]. Daher wurden und werden in den zur Zeit 29 weltweit akkreditierten Dopingkontrolllaboratorien kontinuierlich Untersuchungen von Sportler-Urinen bezüglich der Anwendung verbotener Wirkstoffe durchgeführt, und mit zunehmender Anzahl nachzuweisender Verbindungen und Notwendigkeit von Dopingtests wächst der Bedarf an sensitiven, selektiven sowie schnelleren Methoden zur eindeutigen Identifizierung nicht zugelassener Substanzen.

Zahlreiche Prozeduren sind seit Einführung der Dopinganalytik zu Beginn der 70er Jahre entwickelt worden, deren Grundlage in erster Linie Gas-Chromatographie (GC) und Hochdruckflüssigkeits-Chromatographie (HPLC) unter Verwendung verschiedener Detektoren wie Flammenionisationsdetektoren (FID) oder Massenspektrometern (MS) beziehungsweise UV-Detektoren [3-8]. Mit enormen Verbesserungen der Kopplungsmöglichkeiten von Flüssigkeitschromatographen an Massenspektrometern mit Hilfe von *electrospray ionisation* (ESI), *atmospheric pressure chemical ionisation* (APCI) oder *atmospheric pressure photo ionisation* (APPI) wurden der chemischen Analytik im Allgemeinen eine Vielzahl neuer Möglichkeiten eröffnet, innovative oder alternative Nachweismethoden zu entwickeln, die bestimmte Nachteile der GC-MS oder HPLC-UV Detektion eliminieren (siehe auch CLB 4/2003, Seite 136 ff.) [9-12]. Am Beispiel der Diuretika sollen gängige Prozeduren der Dopinganalytik mittels GC-MS und LC-MS/MS vorgestellt werden.

Die Autoren

Dr. Mario Thevis ist Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Biochemie der Deutschen Sporthochschule Köln und beschäftigt sich mit der Massenspektrometrischen Methodenentwicklung zur Detektion dopingrelevanter Verbindungen.

Prof. Dr. Wilhelm Schänzer ist Leiter des Instituts für Biochemie der Deutschen Sporthochschule Köln und des IOC-akkreditierten Dopingkontroll-Labors Köln. Seine Forschungsschwerpunkte sind die Analytik dopingrelevanter Substanzen mittels Massenspektrometrie, die Isotopenmassenspektrometrie, die Peptid-Hormonbestimmung und die Dopingaufklärung.



Diuretika

Eine Dopingkontrolle von Sportler-Urinen beinhaltet in jedem Falle eine Untersuchung auf Diuretika. Da diese Verbindungsklasse nicht nur gewichtsreduzierende Eigenschaften aufgrund erhöhter Flüssigkeitsausscheidung besitzt, sondern auch zur Harnverdünnung beiträgt, sind sowohl Wettkampfproben als auch Trainingskontrollen auf Diuretika zu überprüfen. Im Mittelpunkt des Verbots steht hierbei nicht die Verhinderung von unerlaubter Leistungsverbesserung (die durch Diuretika nicht erreicht wird), sondern die Manipulation des Wettkampfgewichts oder der Urinprobe selbst. Die Gruppe der diuretisch wirksamen Verbindungen lässt sich aufgrund physiologischer Wirkungsorte, Wirkungsmechanismen und der chemischen Strukturen in verschiedene Kategorien unterteilen [13, 14]. Analytisch betrachtet sind primär physikochemische Eigenschaften der Analyten von Bedeutung, weshalb eine Differenzierung der Diuretika hier bezüglich ihrer molekularen Zusammensetzung erfolgt:

- 3-Sulfamoylbenzoesäurederivate, zum Beispiel Furosemid, Bumetanid, Piretanid
- N-(4-Chloro-3-sulfamoylbenzoyl)anilinderivate, zum Beispiel Xipamid
- 4-Chloro-3-sulfamoylbenzamidderivate, zum Beispiel Indapamid
- Benzothiadiazine, zum Beispiel Hydrochlorothiazid, Ethiazid, Althiazid

In Abbildung 1 sind Strukturen von Vertretern dieser Gruppen dargestellt. Diuretika werden im Allgemeinen nur bedingt metabolisiert und ein signifikanter Anteil der oral applizierten Medikamente wird unverändert renal ausgeschieden [15]. Daher wird in erster Linie eine Analytik der verabreichten Substanz und nicht deren Stoffwechselprodukte durchgeführt. Ausnahmen von dieser Regel sind Verbindungen wie Mefrusid und Etozolin, die nahezu vollständig metabolisiert werden, wodurch ein Nachweis der resultierenden Metaboliten notwendig wird. Die Reinigung der Analyten von urinärer Matrix kann auf verschiedene Weisen erfolgen, zum Beispiel Festphasenextraktion (SPE) oder Flüssigphasenextraktion (LLE). Zu diesem Zweck werden C₁₈, XAD-2 oder PAD-1 Materialien beziehungsweise Ethylacetat verwendet. Der Extrakt wird konzentriert und im Falle einer GC-MS Analyse derivatisiert.

Derivatisierung und GC-MS Analyse

Modifikation der Diuretika zur Verbesserung der gas-chromatographischen Eigenschaften wird durch Alkylierung erreicht, im Allgemeinen durch Einsatz

CLB – Memory

Die CLB-Beilage für Ausbildung in Chemie, Labortechnik,
Chemietechnik, Biologie und Biotechnik

Mai 2003

Moderne Ionenanalytik (Teil 5): Voltammetrie

Untersuchung von Trinkwasser und Orangensaft

Die elektrochemische Stripping-Analyse – die inverse Voltammetrie – zählt zu den leistungsfähigsten Analysenmethoden. Sie ist die wohl empfindlichste elektrochemische Methode zur Bestimmung von Schwermetallen. Aber auch organische Substanzen lassen sich voltammetrisch bestimmen, wenn die Redoxeigenschaften stimmen. Dies zeigt beispielsweise die Bestimmung von Vitamin C in Orangensaft.

Ein der elektrochemischen Bestimmung vorgelagerter Anreicherungsschritt bewirkt die hohe Nachweisstärke der Inversvoltammetrie. An einer stationären Quecksilberelektrode (Tropfen oder Film) kann die Anreicherung von Schwermetallionen dabei nach unterschiedlichen Prinzipien erfolgen:

- Durch Reduktion der Metallionen und Bildung des Amalgams. Im Bestimmungsschritt erfolgt die Rückoxidation (anodic stripping voltammetry).
- Durch Ausfällung einer schwerlöslichen Verbindung als Resultat einer Oxidationsreaktion an der Elektrode. Die Messung erfolgt im Anschluss über einen kathodischen Potentialsweep (cathodic stripping voltammetry).
- Durch Adsorption der in Form von Komplexen gebun-

denen Metallionen an der Quecksilberoberfläche. Im Bestimmungsschritt kann eine Oxidation oder Reduktion erfolgen (adsorptive stripping voltammetry).

Bei der quantitativen Bestimmung von Spurenelementen in natürlichen Proben spielt die Probenmatrix eine herausragende Rolle: Zum einen müssen die zu bestimmenden Schwermetalle im allgemeinen in wässriger Lösung ionisch vorliegen. Zum anderen können organische Verbindungen wie beispielsweise Huminsäuren in Oberflächenwässern Metallionen komplexieren (maskieren) und damit der quantitativen Bestimmung entziehen. Ausserdem führt die Hydrophobie des Quecksilbers zu einer starken Adsorption organischer Verbindungen an der Quecksilberoberfläche.

Der Analysengang muss bei den verschiedenen Techniken der Inversvoltammetrie zur Vermeidung systematischer Fehler (Kontamination und Verluste) schon während der vorausgehenden Probenahme und Probenvorbereitung auf das untersuchte Wasser abgestimmt sein. Je nach Typ des untersuchten Wassers sind nach der Probenahme mehr oder weniger umfangreiche Probenvorbereitungsschritte erforderlich.

Probenvorbereitung

Die Abtrennung von Schwebstoffgehalten erfolgt durch Filtration.

In der aquatischen Spurenchemie wird gemäß der üblichen Konvention ein Membranfilter von 0,45 Mikrometern Porenweite eingesetzt. Bei Trinkwasser und Wasser aus den Ozeanen sind in der Regel die Schwebstoffgehalte so gering, dass die Filtration auch im Hinblick auf ein gewisses Kontaminationsrisiko entfallen kann.

Anschließend wird das Filtrat auf pH 2 angesäuert, wodurch die biologische Aktivität noch vorhandener Bakterien unterbunden und die Gewässerprobe wesentlich haltbarer ist, vor allem wenn sie bis zur Analyse im Dunkeln bei minus 20 Grad Celsius gelagert wird.

Oxidativer UV-Aufschluss

Die gelöste organische Materie zu zerstören, ist durch Photolyse möglich. Dazu unterwirft man die Probe für mindestens eine Stunde einer UV-Bestrahlung. Der Zusatz



Abbildung 1: Beispiel einer UV-Aufschluss-Apparatur: Die zum Aussenden der UV-Strahlung verwendete 500 Watt Quecksilber-Hochdrucklampe erzeugt auch viel Wärme. Eine intensive Wasserkühlung kompensiert dies.

von etwas konzentriertem H_2O_2 beschleunigt die photolytische Zersetzung der organischen Bestandteile (oxidativer UV-Aufschluss).

Bei der voltammetrischen Schwermetallanalytik von Wasser, Abwasser oder auch flüssigen Lebensmitteln wie Wein, Bier oder Saft wird oftmals der oxidative UV-Aufschluss eingesetzt. Dabei benötigt man nur geringe Säuremengen neben Wasserstoffperoxid. Der oxidative UV-Aufschluss stellt zum einen ein zentrales Probenvorbereitungsverfahren in der aquatischen Spurenanalyse dar. Zum anderen ist der Aufschluss auch die zu wählende Methode gemäß dem Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung DIN 38406 E16. Dies nennt als Vorbehandlung zur voltammetrischen Bestimmung des Gehaltes an gelöstem Metall die UV-Bestrahlung.

Mit Quecksilber-Hochdrucklampen kann ein Breitbandspektrum von etwa 200 bis 436 Nanometer beobachtet werden. Dieses resultiert aus den typischen Quecksilberlinien bei 254, 313 und 366 Nanometer und geht einher mit einer kraftvollen, kontinuierlichen Wärmestrahlung. Dies kann zu einem hohen Verdampfungsverlust der Probe führen und muss durch eine entsprechende

Abbildung 3: Abhängigkeit der Peakhöhe der Bleioxidation vom Anreicherungspotential (Pseudopolarogramm). Der maximale Anstieg der Peakhöhe kennzeichnet das Formalpotential des Redoxsystems Pb/Pb^{2+} im eingesetzten Elektrolyten. Ein Verschieben des Anreicherungsentials um mehr als 100 Millivolt negativ zum Peakpotential würde keine weitere Verbesserung der Empfindlichkeit bewirken.

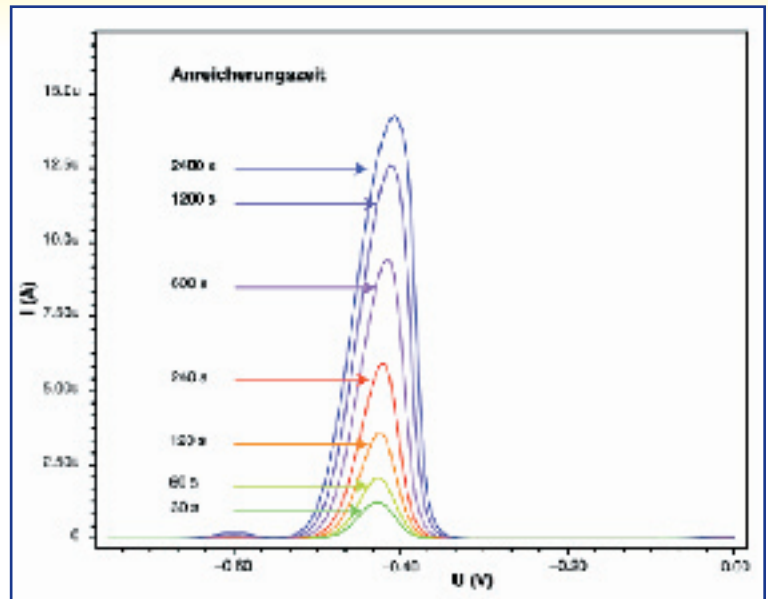
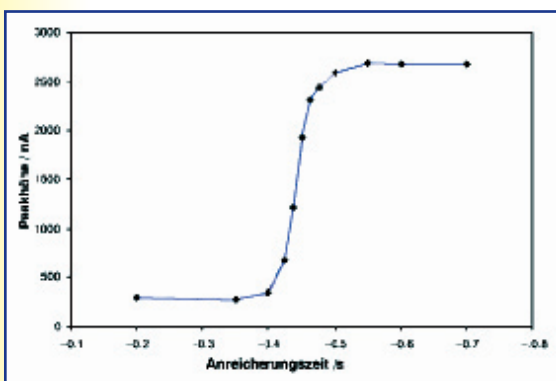


Abbildung 2: Anodische Auflösung von Blei nach unterschiedlichen Anreicherungszeiten in der DPASV (Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry). Bei kurzen Anreicherungszeiten ist die Peakhöhe linear von der Anreicherungszeit abhängig. Bei längeren Anreicherungszeiten wirkt der steigende Amalgamgehalt des Quecksilbertropfens einer weiteren Anreicherung entgegen.

Kühlung kompensiert werden (Abbildung 1).

Nasschemischer Aufschluss

Auch die nicht unerheblichen Mengen organischer Materie in Abwässern können so zerstört werden. Für diesen Wassertyp bietet sich aber auch der Nassaufschluss mit $HClO_4/HNO_3$ an, der beispielsweise auch für Filterproben mit den abfiltrierten Schwebstoffen eingesetzt werden kann. Der Nachteil des Nassaufschlusses ist jedoch der hohe Zeit- und Reagenzienverbrauch. Bei reinen, natürlichen Wässern führt der Zusatz der benötigten Säuremenge zudem leicht zu Kontaminationsproblemen, was sich durch einen Anstieg der Blindwerte bemerkbar macht.

Trinkwasser, meist auch Quellwasser und Wasser aus klaren Bächen und einer Reihe von Bereichen der Ozeane sowie häufig Regen und Schnee enthalten vernachlässigbare Konzentrationen an gelöster organischer Materie. Auch Leitungswasser bedarf im Normalfall keines Aufschlusses, sondern kann direkt elektrochemisch analysiert werden (siehe auch CLB 4/2001, S. 139 ff.).

Anreicherungszeit bestimmt Empfindlichkeit

Bei der Anodic-Stripping-Voltammetrie, die beispielsweise zur Bestimmung von Zn, Cd, Pb, und Cu in Trinkwasser verwendet werden kann, geschieht die Anreicherung durch Abscheidung des Analyten an einer Quecksilber-Elektrode unter Amalgambildung. Der eigentliche Bestimmungsschritt ist die anschließende elektrochemische Wiederauflösung des Metalls aus dem Amalgam. Bei der Aufnahme der Strom-Spannungs-Kurve in anodischer Richtung („invers“ zur Anreicherung) erhält man von der Oxidation des Metalls herrührende Spitzenströme, deren Höhe von der Konzentration des Metalls im Amalgam abhängig ist (Abbildung 2). Durch die angewandte elektrochemische Anreicherung („Mikroelektrolyse“) im Vorfeld der elektrochemischen Bestimmung lassen sich Konzentrationen im Bereich von Nanomol bis Pikomol pro Liter beziehungsweise Nanogramm pro Liter messen.

Man verwendet vor allem Quecksilbertropfenelektroden (HMDE), Edelmetallelektroden und Elektroden auf Kohlebasis.

Die empfindlichsten Bestimmungen (Konzentrationsbereich 10^{-11} Mol pro Liter) lassen sich mit Hg-Filmelektroden auf Glascarbon (TMFE) erzielen. Da die Anreicherung im Allgemeinen unter Rühren erfolgt, werden im Falle von Festkörperelektroden meist rotierende Elektroden eingesetzt.

Die Anreicherungs elektrolyse wird durchweg potentiostatisch bei einem vorher ermittelten optimalen Abscheidungspotential durchgeführt. Abschätzungen geeigneter Elektrolysespannungen erhält man aus den gleichstrompolarographischen Strom-Spannungskurven beziehungsweise aus den Halbstenpotentialen. Üblicherweise werden um 200 bis 400 Millivolt negativere Elektrolysespannungen gewählt. Zur Ermittlung eines optimalen Elektrolysepotentials wird die Höhe des anodischen Spitzenstromes gegen das Anreicherungspotential aufgetragen (Abbildung 3). Man erhält Pseudopolarogramme, aus deren Verlauf das optimale Anreicherungspotential ermittelt werden kann. Auch können durch geschickte Wahl des Anreicherungspotentials mögliche Störungen schon im Vorfeld reduziert werden.

Der im Bestimmungsschritt gemessene anodische Spitzenstrom ist im Allgemeinen proportional der Konzentration des Metallions in der Lösung. Jedoch können Sättigungseffekte den linearen Arbeitsbereich begrenzen. Auch ist die Höhe des anodischen Spitzenstromes proportional zur Anreicherungszeit, und so kann durch Verlängerung der Elektrolysezeit die Empfindlichkeit der Methode gesteigert werden. Jedoch treten auch hier Sättigungs- und im Fall der HMDE Rückdiffusionseffekte (in die Kapillare) auf, so dass Elektrolysezeiten von mehr als fünf Minuten in der Praxis nicht sinnvoll sind. Typische Anreicherungszeiten betragen 30 bis 90 Sekunden (Abbildung 2).

Trotz dieser Einschränkungen bietet die Inversvoltammetrie lineare Arbeitsbereiche, die drei bis

fünf Zehnerpotenzen überstreichen. Die Quantifizierung erfolgt in der Regel durch Anwendung der Standardadditionsmethode, wodurch das Analysenergebnis auch gleichzeitig sehr sicher wird, da alle Matrixeffekte Berücksichtigung finden. Bei bekannter und vergleichbarer Matrix ist die Quantifizierung über Kalibrierfunktionen ebenso geeignet.

Fällungsreaktion zur Anreicherung

Das Verfahren der kathodischen Stripping-Voltammetrie (Cathodic-Stripping-Voltammetrie, CSV) unterscheidet sich von der anodischen Stripping-Voltammetrie nicht nur im Bestimmungsverlauf, sondern auch im Anreicherungsverfahren. Im Fall der Quecksilber-elektrode als Arbeitselektrode wird zur Anreicherung der Analyt anodisch als schwerlösliches Hg(I)-Salz oder kathodisch als intermetallische Verbindung auf der Quecksilberoberfläche abgeschieden. Im eigentlichen Bestimmungsschritt wird das $(\text{Hg})_2^{2+}$ in der angereicherten Verbindung oder der Analyt selbst kathodisch reduziert.

Typische Beispiele sind die Bestimmung von Arsen(III) und/oder Arsen(V), die Bestimmung von Selen und von organischen Stoffen mit -SH oder -C=S als funktionellen Gruppen (siehe auch CLB 4/2001, S. 141).

Komplexbildung

Als Adsorptions-Stripping-Voltammetrie (AdSV) bezeichnet man den Verbund von adsorptiver Anreicherung und voltammetrischer Bestimmung. In einem ersten Schritt wird hierbei der Analyt in geeigneter Form durch Adsorption an der Elektrodenoberfläche angereichert und in einem zweiten Schritt durch Oxidation oder Reduktion voltammetrisch bestimmt. Die Anreicherung kann hierbei potentiostatisch bei einem vorher ermittelten Potential oder stromlos erfolgen.

Die adsorptive Anreicherung ist eine wertvolle Ergänzung zur

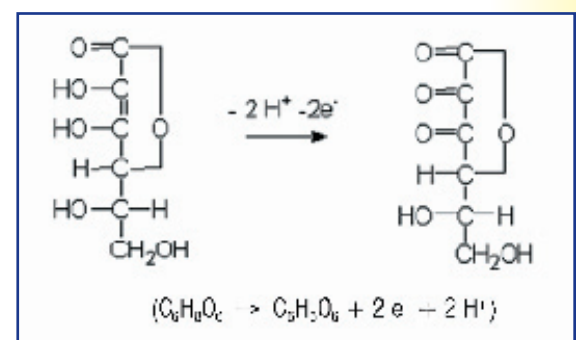
Elektrolyse, weil die Stripping-Voltammetrie damit auch für solche Elemente interessant wird, die wegen irreversibler Elektrodenreaktionen oder fehlender Amalgambildung an Quecksilber-elektroden weder angereichert noch bestimmt werden können. Das Anreicherungsverhalten an der Elektrodenoberfläche als Funktion des angelegten Potentials ist in Rahmen der Methodenentwicklung empirisch zu bestimmen.

Während organische Substanzen – für die AdSV sind nur solche mit elektrochemisch reduzierbaren oder oxidierbaren Gruppen von Interesse – mit oberflächenaktiven Eigenschaften direkt an der Elektrodenoberfläche adsorbieren, müssen Elementspuren erst in schwerlösliche und adsorbierfähige Komplexe überführt werden. Zur voltammetrischen Bestimmung müssen im Falle von organischen Verbindungen diese elektrochemisch reduzierbare oder oxidierbare Gruppen besitzen, während im Falle der Metallkomplexe dem Bestimmungprozess entweder die Reduktion des Zentralatoms, eine katalytische Wasserstoffentwicklung oder die Reduktion (in seltenen Fällen die Oxidation) des Liganden der Komplexverbindung zugrunde liegt.

Polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure

Die Polarographie eignet sich nicht nur zur quantitativen Bestimmung

Abbildung 4: Die Bestimmung von Vitamin C in Orangensaft mittels Polarographie beruht auf der Oxidation von Ascorbinsäure zu Dehydroascorbinsäure.



anorganischer Verbindungen, sondern auch einer grossen Zahl organischer Verbindungen. Dabei hängt die Möglichkeit zur polarographischen Bestimmung eines organischen Stoffes in einem wässrigen Medium hauptsächlich von seinen funktionellen Gruppen ab. Denn sie prägen die Redoxeigenschaften der Verbindung. Sie entscheiden wesentlich darüber, ob eine Redoxreaktion im gegebenen Potentialfenster der Quecksilbertropfenelektrode möglich ist und ob die quantitative Bestimmung auf der Reduktion oder der Oxidation der Verbindung beruht (Abbildung 4). Das Redoxpotential der Reaktion von von Ascorbinsäure zu Dehydroascorbinsäure ist pH-abhängig. Bei unzureichender Pufferung kann sich der pH-Wert an der Elektrodenoberfläche durch die Oxidationsreaktionen der Ascorbinsäure verschieben. Eine so entstandene Verbreiterung der Peaks kann man durch Anwendung eines Acetatpuffers verhindern.

Für die quantitative Ascorbinsäurebestimmung findet die Differential-Puls-Polarographie

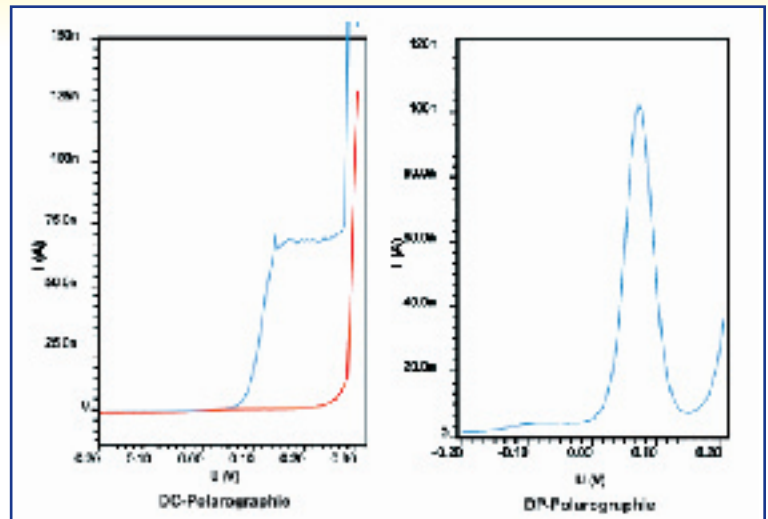


Abbildung 5: Anodische Welle (blau) in der DC-Polarographie sowie DP-Polarographie einer Lösung von 10^{-4} Mol pro Liter in Acetatpuffer. Rot gezeichnet ist links die Analyse der reinen Pufferlösung (Alle Abbildungen: Metrohm).

(DPP) Anwendung. Den Unterschied zwischen DC und DP-Polarographie zeigt Abbildung 5. Zur quantitativen Auswertung verwendet man die Standardadditionsmethode. Die Menge an zuzusetzender Standardlösung sollte der erwarteten Ascorbinsäurekonzentration adäquat sein. Zu geringe beziehungsweise zu hohe Dosierungen erhöhen den Fehler

der Bestimmung. Die auf der Verpackung von Säften angegebene Konzentration von Vitamin C stellt den Mindestwert dar, den der Hersteller garantieren kann. Er variiert mit der Obstsorte, dem Herkunftsgebiet, der Erntezeit und anderen Einflüssen. Deswegen ist es nicht überraschend, dass zumeist ein höherer Wert gefunden wird. MB

BIA empfiehlt Info-Comics

Betriebsanleitungen spannend wie ein Krimi

Komplizierte Betriebsanleitungen gefährden Menschenleben. So lautet das vorläufige Ergebnis eines Forschungsvorhabens, das das Berufsgenossenschaftliche Institut für Arbeitsschutz (BIA) in Zusammenarbeit mit dem Fachbereich Technikjournalismus der Fachhochschule Bonn / Rhein-Sieg durchführt.

Untersuchungen von Unfällen und Beinaheunfällen mit komplexen Fertigungssystemen in der Industrie haben gezeigt, dass Handbücher mit einem Umfang von 50 Seiten und mehr auch im Bereich der Sicherheitstechnik

selten komplett durchgelesen werden, bevor die Maschinen zum Einsatz kommen.

Dem Motto „Das Wichtigste auf einen Blick“ folgend schlagen die Forscher vor, jedem technischen Gerät, dessen Fehlbedienung Leib und Leben gefährden kann, ein Plakat beizulegen, auf dem die wichtigsten sicherheitsrelevanten Informationen grafisch dargestellt sind.

In Frankreich beispielsweise setzt man häufig Comics ein, um technische Sachverhalte anschaulich zu machen. „Je komplexer die Technik wird, um so unkonventionellere Lösungen müssen

wir finden, um sie dem Anwender verständlich zu machen“, empfiehlt Projektleiter Dr. Dietmar Reinert vom BIA. „Warum sollte es nicht möglich sein, die wesentlichen Informationen über ein Kreuzworträtsel oder eine Simulation, bei der nackte Formeln in Bilder umgewandelt werden, spielerisch zu vermitteln?“ Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens sollen ein erster Schritt sein, bei der Gestaltung von Betriebsanleitungen umzudenken. „Ziel muss es sein“, so Reinert, „eine Betriebsanleitung aufgelockert und, wenn irgend möglich, spannend wie einen Krimi zu schreiben.“

Nachwachsende Rohstoffe Teil 5: Terpene

Lösungsmittel aus Orangen und Nadelbäumen

Viele Pflanzen enthalten Terpene, die als Duft- und Aromastoffe, aber auch als Lösungsmittel Verwendung finden. Sie können zum Beispiel Fluorchlorkohlenwasserstoffe (Frigene) und andere halogenierte Kohlenwasserstoffe ersetzen. Sie sind damit aber nicht unbedingt umweltschonender. Denn auch aus Pflanzen gewonnene Rohstoffe können gesundheitsschädlich sein.

Terpene sind in der Natur weit verbreitet – vor allem in Pflanzen als Bestandteile etherischer Öle. Lavendel-Öl wird zum Beispiel aus der Blüte des Echten Lavendels gewonnen, Patschuli-Öl erhält man aus dem Blatt der Patschulipflanze und das Orangen-Öl hauptsächlich aus der Fruchtschale. Eine Pflanze bildet die Öle in den grünen (Chlorophyll enthaltenden) Teilen und transportiert sie beim Reifen in andere Pflanzenbereiche – vor allem in die Blütenzweige. Die genaue Funktion der Öle in den Pflanzen ist noch nicht vollständig geklärt.

Etherische Öle sind im allgemeinen in Wasser unlöslich, aber gut löslich in Alkohol, Ether oder in anderen Ölen. Ein einzelnes Öl enthält meistens fünf bis 20

verschiedene Verbindungen. Zu den gefundenen Substanzklassen gehören im Wesentlichen Terpene (Terpenkohlenwasserstoffe, Terpenalkohole, Terpenaldehyde, Terpenketone und Terpen-carbonsäuren), Phenole, aromatische Aldehyde, schwefel- und stickstoffhaltige Verbindungen sowie einfache Kohlenwasserstoffe. Hauptbaustein von Terpenkohlenwasserstoffen ist Isopren: $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}=\text{CH}_2$ (siehe Tabelle).

Wichtige Terpene sind alpha-Pinen und Limonen (siehe Abbildung). Weiterhin gehören zu den Terpenen zum Beispiel Menthol, Eukalyptol, Eugenol, Citral, Campher, Farnesol und Azulen.

Terpene dienen vor allem als Lösungsmittel in Lacken und Klebern, als Riech- und Geschmacksstoffe (Campher, Menthol, Limonen) in Pharmazeutika, Desinfektionsmitteln und als Hilfsmittel bei der Verarbeitung von Textilien. Das als Lösungsmittel in zahlreichen Produkten verwendete Terpentinöl besteht zum Beispiel zu etwa 80 bis 90 Prozent aus Pinen.

Terpentinöl wird aus den zähflüssigen, gelben oder bräunlichen Ölarzen gewonnen, die aus Nadelbäumen, vor allem aus Kiefern stammen. Das gewonnene Ölharz

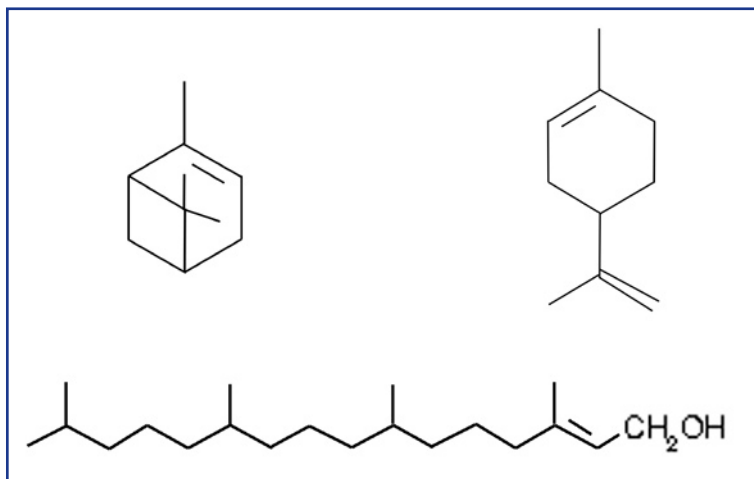
Name	Isopren-einheiten	Beispiele
Monoterpene	2	Pinen, Citral, Campher, Menthol, Limonen
Sesquiterpene	3	Nerolidol, Farneso
Diterpene	4	Phytol, Vitamin A1
Triterpene	6	Squalen
Tetraterpene	8	Carotin (Provitamin A1)

Je nach der Anzahl der Isopreneinheiten erfolgt die Einteilung der Terpenkohlenwasserstoffe.

enthält 75 bis 90 Prozent Harz und zehn bis 25 Prozent Öl. Die Destillation liefert im Wesentlichen Balsamterpentinöl. Das etherische Öl enthält neben Pinenen noch einige andere Terpene

Oft deklariert man Produkte mit Terpenen wegen ihres natürlichen Vorkommens als „Bio“-farben, -lacke, -öle und -wachse und suggeriert so eine besonders gute Umweltverträglichkeit. Das ist jedoch falsch (siehe Kasten). Terpene sind Schadstoffe. Allerdings liegen die üblicherweise in Innenräumen anzutreffenden Konzentrationen der Terpene um Größenordnungen unter dem Niveau, bei dem akut toxische Wirkungen zu befürchten wären. MB

Alpha-Pinen (links), Limonen (rechts) und Phytol (unten) sind einige Vertreter der Klasse der Terpene.



Sicherheitsdaten zu Limonen

Formel: $\text{C}_{10}\text{H}_{16}$

Synonyme: DL-p-Mentha-1,8-dien

4-Isopropenyl-1-methylcyclohexen

R-Sätze: R 10-38-43-50/53

Entzündlich. Reizt die Haut. Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich. Sehr giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

S-Sätze: S 24-37-60-61

Berührung mit der Haut vermeiden. Geeignete Schutzhandschuhe tragen. Dieser Stoff und sein Behälter sind als gefährlicher Abfall zu entsorgen. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen.

WGK: 1 (schwach wassergefährdend)

Aus der Bildungslandschaft

- Mit neuer Systematik nutzt die Alexander von Humboldt-Stiftung (AvH) ihr Datenmaterial, um die **Attraktivität deutscher Hochschulen für internationale Spitzenforscher** zu messen. Konstanz liegt auf dem Spitzenplatz, die Forschungsstandorte Ulm und Stuttgart behaupten sich erfolgreich neben den Traditionsuniversitäten Heidelberg und München. Im Fachbereich Chemie führt die TU München vor der Uni Göttingen. Betrachtet man nur den Bereich der Biowissenschaften, dann nimmt Würzburg vor Freiburg und Tübingen den Spitzenplatz ein.

- Die rasche und konsequente **Umstellung auf Bachelor- und Masterstudiengänge** in Deutschland fordert das Gütersloher Centrum für Hochschulentwicklung (CHE). In der Bologna-Erklärung von 1999 haben sich 29 – mittlerweile sind es 33 – europäische Bildungsminister auf die Umstellung auf zweistufige Studienstrukturen verständigt. In Deutschland gibt es inzwischen über 1500 Bachelor- und Masterstudiengänge, aber nur ein verschwindend geringer Prozentsatz der Studierenden ist darin eingeschrieben. Die neuen Studiengänge werden häufig parallel zum traditionellen System eingeführt.

- Nicht alle Hochschullehrer glauben an den Erfolg eines schlichten Austausches des deutschen Diploms gegen die internationale Bachelor-Master-Struktur. So hat der Fachbereich Chemietechnik der Universität Dortmund im vergangenen Jahr bewusst das neue Studienangebot in **Biotechnik als Diplomstudien-gang** konzipiert. Auf der anderen Seite werden dort seit mehreren Semestern neue Bachelor- und Master-Studiengänge eingeführt: In der Chemietechnik beispielsweise können Studierende den **Master of Science in Chemical Engineering** erwerben. In diesem Jahr folgen je ein **Bachelor und Master of Science in Chemie und in Chemischer Biologie** sowie ein **Bachelor of Arts für Wissenschaftsjournalisten**.

- Die Länder Baden-Württemberg, Bayern, Hamburg, Saarland, Sachsen und Sachsen-Anhalt wollen beim Bunderverfassungsgericht Klage einreichen: gegen das **Verbot von Studiengebühren und die zwangsweise Einführung verfasster Studierendenschaften**, Punkte aus der im August 2002 in Kraft getretenen Novelle des Hochschulrahmengesetzes. Die Klageschrift basiere auf der fehlenden Gesetzgebungskompetenz des Bundes für hochschulpolitische Fragen dieser Art und auf der fehlenden Zustimmung des Bundesrates, erklärte Baden-Württembergs Wissenschaftsminister Prof. Dr. Peter Frankenberg.

- Die Hochschulen in Deutschland gaben 2001 insgesamt 28,6 Milliarden Euro für Lehre, Forschung und Krankenbehandlung aus. Wie das Statistische Bundesamt mitteilt, erhöhten sich damit die **Hochschulausgaben** gegenüber dem Vorjahr um 4,1 Prozent.

Schüler und Lehrer im FZK

Praktikum in Gentechnik

Rund 700 Schüler und Lehrer absolvierten im letzten Jahr ein gentechnisches Praktikum im Forschungszentrum Karlsruhe (FZK). Nachdem Ausstattung und Betrieb des gentechnischen Labors nun von der Helmholtz-Gemeinschaft mit rund 430 000 Euro gefördert werden, will man die Teilnehmerzahl im Jahr 2003 noch einmal deutlich erhöhen.

Die öffentliche Diskussion über die Gentechnik schwankt zwischen Euphorie und Phobie. Das Forschungszentrum Karlsruhe versucht durch Informationen auf dem neuesten Stand von Wissenschaft und Technik zu einer fundierten und sachlichen öffentlichen Diskussion beizutragen. Ein weiterer Aspekt ist die Gewinnung naturwissenschaftlichen und technischen Nachwuchses.

Die Zahlen des Jahres 2002 belegen den Bedarf an diesem Seminarangebot: Im letzten Jahr hat das Fortbildungszentrum für Technik und Umwelt (FTU) des Forschungszentrums Karlsruhe rund 40 gentechnische Praktikumsveranstaltungen für 700 Lehrer und Schüler in Abstimmung

mit dem Oberschulamt Karlsruhe veranstaltet. Bewusst werden dabei als Betreuer und Dozenten wissenschaftliche Mitarbeiter mit pädagogischer Neigung und keine Pädagogen mit naturwissenschaftlicher Ausbildung eingesetzt.

Das gentechnische Labor für sechzehn Praktikumsplätze ist nach der Gefahrenklasse S1 behördlich genehmigt. Gegenwärtig werden zwei Experimente angeboten, die zu den wesentlichen Prozessen bei der Nutzung der Gentechnik gehören: Plasmidisolierung zur Einschleusung von genetisch verändertem Material in die Zellen und die Polymerasen-Kettenreaktion (PCR – Polymerase Chain Reaction) zur schnellen Vermehrung von Spuren genetischen Materials.

Das gentechnische Labor ist Teil eines umfangreichen Seminar- und Praktikumsangebots des Forschungszentrums für Schüler und Lehrer, das auch Themen wie Strahlenphysik, Radiochemie und Umweltanalytik umfasst. Insgesamt haben sich hier im vergangenen Jahr rund 3000 Schüler und Lehrer an 130 Veranstaltungen beteiligt.

Joachim Hoffmann

Schülerversuch im Gentechnik-Labor des Forschungszentrums Karlsruhe: Die Polymerasen-Kettenreaktion dient der schnellen Vermehrung von Spuren genetischen Materials (Foto: FZK).



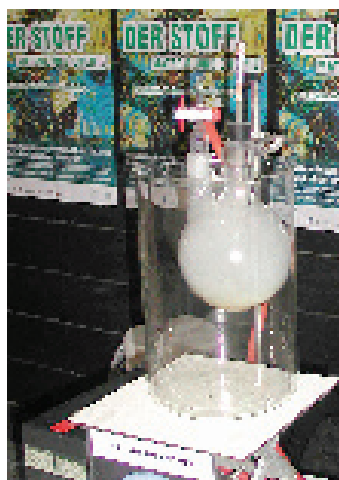
Jahr der Chemie: „Der Stoff“ Bilder einer Ausstellung



Oben: Die Organisation der Ausstellung in Bochum lag bei Prof. Dr. Martina Havenith-Newen und ihren Mitarbeitern. Ihr dargestelltes Thema: Laserspektroskopie von Molekülen. Ein Schwerpunkt der Forschung von Prof. Havenith ist die Terahertz-Spektroskopie (siehe CLB 12/2002, S. 465+466; Fotos: Kickuth).



Feuerzeug ohne
Feuerstein oder
Quarz-Zünder:
Das Modell des
historischen
Döbereiner-Feu-
erzeugs erzeugt
Wasserstoff,
der an einem
Platinkatalysator
entzündet wird.



Oben links: Mahnung für junge Menschen: Der „gläserne Raucher“ zeigt, welche übel riechenden Rückstände Zigarettenrauch in der Lunge hinterlässt.



Oben rechts: Prof. Dr. Christof Wöll demonstriert mit Robotarm und Kunststoffkugeln ein „interaktives Rastertunnelmikroskop“ als Mitmachexperiment.

Das „Jahr der Chemie“ hat viele Bilder, die sich nur in Auszügen wiedergeben lassen. Ein wichtiger Programmpunkt ist eine Ausstellungstrilogie. Die drei Teile „Der Kuss – Magie und Chemie“, „Der Stoff – Materie und Chemie“ sowie „Die Quelle – Energie und Chemie“ beleuchten verschiedene Aspekte der Wissenschaft. Sie beinhalten Darstellungen modernster Forschung, Chemie im Körper, Ökologie und Ökonomie, Alltagsbezüge der Chemie sowie ihre historische Entwicklung. Der erste Teil der Trilogie („Der Kuss“) ist bereits komplett gelaufen; „Der Stoff“, auf den sich diese Bilder hier beziehen (Bochum (25.4.-1.5.)), ist noch vom 7. bis zum 10. August in Rostock zu sehen. „Die Quelle“ läuft in Halle (Saale; 28.8.-7.9.), Dresden (19.-28.9.) und München (2.-10.10.). Eine Chance gibt es noch, alles zusammen zu sehen: Vom 7. bis zum 16. November 2003 wird die komplette Trilogie in Köln gezeigt.

Alle Termine – auch solche zum Standort des Chemietrucks – findet man unter www.jahr-der-chemie.de.

Tüftler können gewinnen

An Nachwuchsforscherinnen und junge Erfinder ab Klasse 5 richtet sich der Wettbewerb „go physics“, den die Deutsche Physikalische Gesellschaft (DPG) und das Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) gemeinsam mit der TU Dresden und weiteren Dresdner Forschungseinrichtungen gestartet haben. Zur Wahl stehen verschiedene Aufgaben rund um Physik und Technik – darunter die Konstruktion eines kleinen Luftkissenfahr-

zeugs und das Basteln eines Sonnenspiegels, der in seinem Brennpunkt Wasser zum Dampfen bringt. Als Preise winken unter anderem Experimentierkästen, CDs, Roboterbausätze und Museumsgutscheine. Anmeldeschluss ist der 31. Mai 2003. Ihre Prototypen können alle Tüftler im Rahmen des Wissenschaftsfestivals „Highlights der Physik 2003: Tanz der Elemente“ vorstellen, das vom 24. bis zum 28. Juni 2003 in der Dresdner Innenstadt stattfindet. Weitere Infos: www.physik-highlights.de.

Lösungen zu Seite M40:

1 a; 2 a, b, e; 3 d; 4 b, d, f;
5 b, d; 6 a, b, c; 7 d; 8 a, d, e;
9 b; 10 b; 11 c; 12 b,
d; 13 a, c, d; 14 b, d;
15 d; 16 b, c; 17 a.

Fragen zu Grundlagen der Chemie

Mehrere richtige Antworten sind möglich.

- 1 Geben Sie den Namen der Verbindung an:
 $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$
 a n-Hexan
 b i-Hexan
 c Hexen
 d Hexin
- 2 Zu welcher Verbindungsklasse gehört n-Hexan?
 a Kohlenwasserstoffe
 b Alkane
 c Alkene
 d aromatische Verbindungen
 e acyclische Verbindungen
- 3 Welche allgemeine Summenformel haben alle Alkane?
 a C_nH_n
 b C_nH_{2n}
 c C_{2n}H_n
 d $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$
 e $\text{C}_{2n+2}\text{H}_n$
- 4 Welche der folgenden Verbindungen sind Homologe, welche Isomere?
- A
- $$\begin{array}{ccccccc} & \text{H} & \text{CH}_3 & \text{H} & & & \\ & | & | & | & & & \\ \text{H} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{H} & & \\ & | & | & | & & & \\ & \text{H} & \text{H} & \text{H} & & & \end{array}$$
- B
- $$\begin{array}{ccccccc} & \text{H} & \text{CH}_3 & \text{H} & & & \\ & | & | & | & & & \\ \text{H} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{H} & & \\ & | & | & | & & & \\ & \text{H} & \text{CH}_3 & \text{H} & & & \end{array}$$
- C
- $$\begin{array}{ccccccc} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & & \\ & | & | & | & | & & \\ \text{H} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{H} & \\ & | & | & | & | & & \\ & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & & \end{array}$$
- a A und B sind Isomere
 b A und C sind Isomere
 c B und C sind Isomere
 d A und B sind Homologe
 e A und C sind Homologe
 f B und C sind Homologe
- 5 Zu welcher Kohlenwasserstoffklasse kann die Verbindung mit der Summenformel C_6H_{12} gehören?
 a Alkane
 b Alkene
 c Alkine
 d Cycloalkane
 e Cycloalkene
- 6 Bei welcher Verbindung handelt es sich um einen aromatischen Kohlenwasserstoff?
 a Phenol
 b Xylol
 c Styrol
 d Glycol
- 7 Wie heißt der durch Dehydrierung von Ethylbenzol entstehende Kohlenwasserstoff?
 a Benzol
 b Toluol
 c Xylol
 d Styrol
- 8 Welche Verbindung enthält eine Hydroxygruppe?
 a Phenol
 b Xylol
 c Styrol
 d Glycol
 e Ethanol
- 9 Was unterscheidet einen primären von einem sekundären Alkohol?
 a Der primäre enthält eine OH-Gruppe, der sekundäre zwei
 b Im primären Alkohol ist das C-Atom, mit dem die OH-Gruppe verknüpft ist, mit nur einem weiteren C-Atom verbunden, im sekundären mit zwei C-Atomen
 c Der primäre ist aliphatisch, der sekundäre aromatisch
- 10 Welche Verbindungen entstehen durch intramolekulare Dehydratisierung von Alkoholen?
 a Alkane
 b Alkene
 c Alkine
- 11 Welche Verbindungen entstehen durch intermolekulare Dehydratisierung von Alkoholen?
 a Ester
 b Aldehyde
 c Ether
 d Ketone
- 12 Welche Verbindungen entstehen durch Dehydrierung von Alkoholen?
 a Ester
 b Aldehyde
 c Ether
 d Ketone
- 13 Bei welcher Verbindung handelt es sich um ein mehrwertiges Phenol?
 a Resorcin
 b Kresol
 c Brenzkatechin
 d Pyrogallol
- 14 Welche Verbindung trägt den Trivialnamen Essigsäure?
 a Methansäure
 b Ethansäure
 c Propensäure
 d Methancarbonsäure
- 15 Sortieren Sie folgende gesättigte, nicht-verzweigte Monocarbonsäuren nach steigender Kohlenstoffanzahl: A Buttersäure; B Stearinsäure; C Caprinsäure; D Capronsäure
 a A B C D
 b A D B C
 c C D B A
 d A D C B
- 16 Welche Verbindung ist eine gesättigte Dicarbonsäure?
 a Palmitinsäure
 b Oxalsäure
 c Malonsäure
 d Laurinsäure
- 17 Wie heißen Salze der Bernsteinsäure?
 a Succinate
 b Fumarate
 c Tartrate

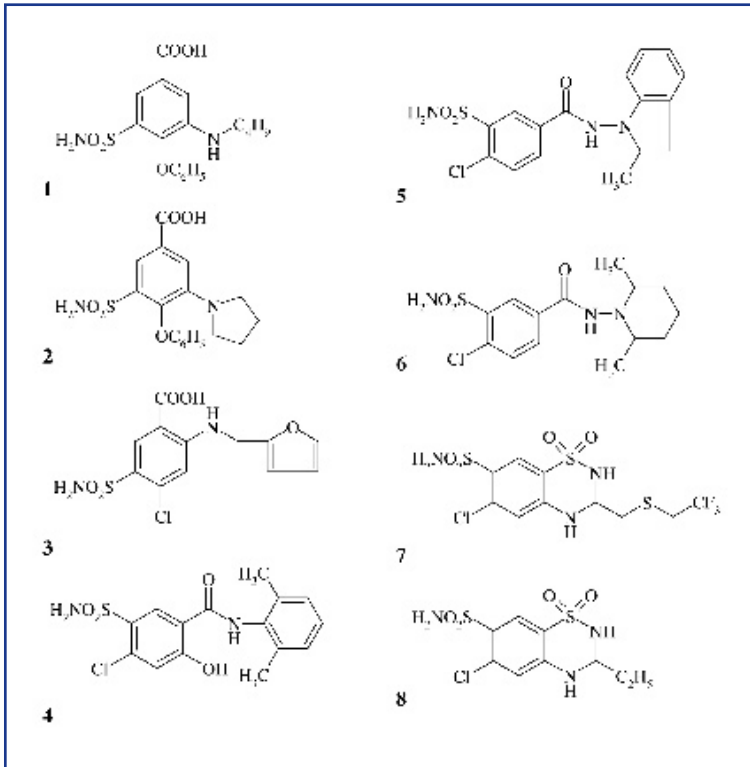


Abbildung 1: Verbindungen der verbotenen Wirkstoffgruppe Diuretika: 1 Bumetanid, 2 Piretanid, 3 Furosemid, 4 Xipamid, 5 Indapamid, 6 Clopamid, 7 Epithiazid, 8 Ethiazid.



von Iodmethan unter alkalischen Bedingungen [16]. Carboxyl-Funktionen werden verestert und Sulfonamide sowie Anilin- oder Hydrazinabkömmlinge werden methyliert. Ein Beispiel dieser Reaktion ist in Abbildung 2 mit Indapamid dargestellt, dessen EI-Massenspektrum in Abbildung 3 zu sehen ist. Ein essentielles Faktum der Identifizierung von verbotenen Wirkstoffen in Sportler-Urinen ist eine eindeutige Charakterisierung der Verbindungen, im Falle der Massenspektrometrie über diagnostische (Fragment-)Ionen in Kombination mit chromatographischen Retentionszeiten. Daher ist ein Vergleich des zu identifizierenden Analyten mit entsprechenden Referenzverbindungen unter identischen analytischen Bedingungen notwendig. Die Bestimmung von Ursprung und mögliche Generierung von Fragmenten kann zudem eine Charakterisierung zusätzlicher struktureller Modifikationen der Moleküle und deren Lokalisierung erlauben, was im Sinne des Anti-Doping-Codes bezüglich des Verbots „analoger Verbindungen“ wichtig ist, da nicht ausgeschlossen werden kann, dass neue, strukturverwandte Substanzen von Athleten missbraucht werden. Aus diesem Grund sind auch Untersuchungen zum massenspektrometrischen Verhalten unter verschiedenen Ionisations- und Dissoziationsbedingungen ein wichtiger Bestandteil der Dopinganalytik.

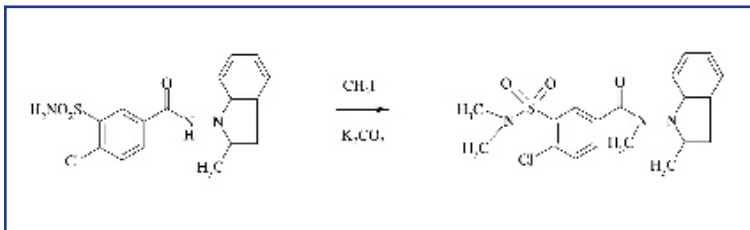
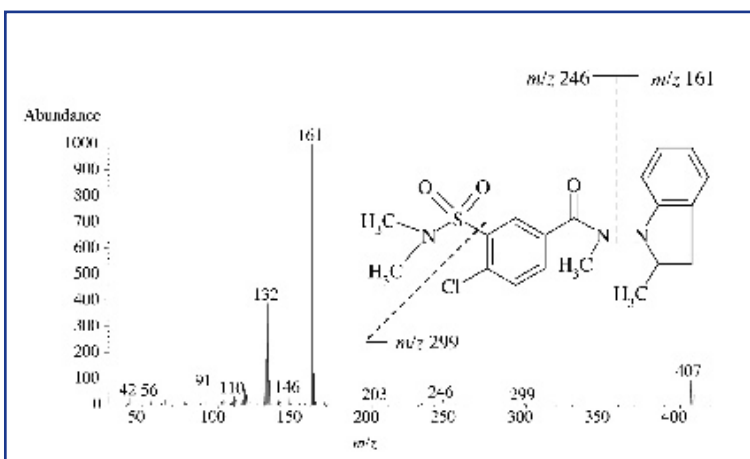


Abbildung 2: Alkylierung von Indapamid. Das Diuretikum wird in Acetonitril gelöst und nach Zugabe von Iodmethan und Kaliumcarbonat bei 50 Grad Celsius drei Stunden inkubiert. Ein Aliquot der organischen Phase wird nach erfolgter Derivatisierung mittels GC-MS analysiert.

Abbildung 3: EI-Massenspektrum des trimethylierten Indapamids (Mw = 407).



LC-ESI-MS/MS Analyse von Diuretika

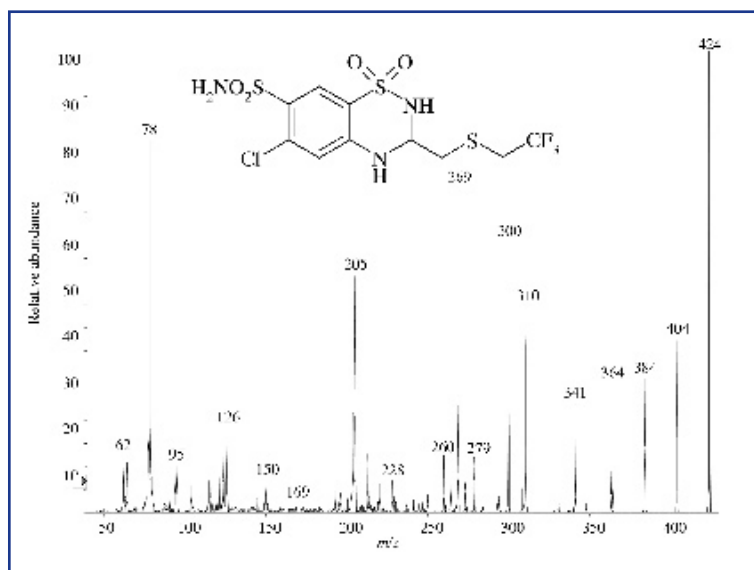
Die Alkylierung von Diuretika ist ein aufwändiger Prozess, und trotz Derivatisierung sind die gas-chromatographischen Eigenschaften einiger Diuretika, insbesondere der thiazidischen Verbindungen, nicht ideal. Im Gegensatz dazu hat sich eine flüssigkeits-chromatographische Trennung der Analyten ohne chemische Behandlung als besonders geeignet herausgestellt, und in Kombination mit einem über ESI oder APCI angeschlossenen Massenspektrometer können die gesuchten Substanzen selektiv und sensitiv detektiert werden [9]. Daher sind Übertragungen der Nachweise von Diuretika von GC-MS auf LC-MS/MS Systeme durchgeführt worden. Vorteilhaft sind hier insbesondere *triple-quadrupole* oder *ion trap* Analysatoren, mit deren Hilfe kollisionsinduzierte Dissoziationen (CID) der deprotonierten Moleküle nach negativer ESI erreicht werden, welche die Generierung und Aufnahme reproduzierbarer Produktionenspektren ermöglichen. Auch hier sind Kenntnisse über Ionisations- und massenspektrometrisches Dissoziationsverhalten der Analyten wichtig, um strukturelle Analogien beziehungsweise Modifikationen zu erkennen [17, 18]. In Abbildung 4

	GC-MS	LC-MS/MS
Ionisierung	EI	ESI, negativ
Derivatisierung	Ja	Nein
Modus Massenspektrometer	Selected ion monitoring (SIM)	CID, Multiple reaction monitoring (MRM)
Probenvorbereitung (Zeitaufwand 24 Proben)	ca. 4 Stunden	ca. 2 Stunden
Analysenzeit/Probe	ca. 8 min	ca. 10 min
Problemsubstanzen	Verschiedene Benzothiadiazine (Flüchtigkeit)	Basische Analyten, z.B. Triamteren, Amilorid
Analyten/Messung	18	34

Vergleich der GC-MS- und LC-MS/MS-Parameter

ist ein Produktionenspektrum des deprotonierten Moleküls m/z 424 des Diuretikums Epithiazid dargestellt, das aufgrund seiner elementaren Komposition eine Vielzahl diagnostischer Fragmentationen erzeugt. Beispielsweise werden Eliminationen von je 20 Dalton beobachtet (m/z 424 \rightarrow 404 \rightarrow 384 \rightarrow 364), die aus Abspaltungen von Fluorwasserstoff aus der schwefelgebundenen Trifluorethylgruppe resultieren. Desweiteren kann das Ion m/z 310 dem Neutralverlust von Trifluorethylsulfid (minus 114 Dalton) von m/z 424 zugeordnet werden, wodurch ein deprotoniertes Molekül entsprechend einem „Methiazid“ entstehen könnte, das in Abbildung 5 in einem Fragmentierungsschema skizziert ist. Diese Verbindung („Methiazid“) sowie das vierfach deuterierte Analoge und Ethiazid mit selektivem Austausch zweier Stickstoffe gegen das entsprechende ^{15}N Isotop konnten synthetisiert werden und Aufschluss über den Ursprung von Fragmentationen und mögliche Umlagerungsreaktionen bei kollisionsinduzierten

Abbildung 4: Produktionenspektrum des unterderivatisierten Epithiazids nach negativer Ionisierung mittels electrospray ($M_w = 425$). Auffällig ist die dreifache Eliminierung von HF (-20 Da, m/z 424 \rightarrow 404 \rightarrow 384 \rightarrow 364) und die Generierung des Ions m/z 300, dem folgenden Produkt nach Abspaltung einer SO_2 Gruppe (-64 Da).



Zerfallsprozessen geben. Diese sind im Dissoziationsschema in Abbildung 5 zusammengefasst. Die Tatsache, dass bei MS/MS Experimenten mit „Methiazid“ und MS^3 -Analysen von Epithiazid vergleichbare Fragmente entstehen spricht für die vorübergehende Entstehung eines deprotonierten „Methiazids“ bei CID-Messungen von Epithiazid. Repräsentative Ionen dieser Gruppe von Benzothiadiazinen sind die Fragmente m/z 269, 205, 126 und 78, deren Entstehungen und Kompositionen aufgrund verschiedener MS/MS-Experimente unterschiedlicher Verbindungen und isotopenmarkierter Analoge postuliert wurden. Auch weniger intensive Ionen wurden detailliert untersucht, im Besonderen Abspaltungen von HCN und eine radikalische Elimination der Trifluorethyl-Funktion wurden spezifiziert [17].

Auf der Basis massenspektrometrischer Daten werden mittels LC-ESI-MS/MS Prozeduren für den Nachweis von Diuretika zunächst Screeninganalysemethoden entwickelt, die in der Regel einen durch CID-angeregten intensiven Ionenübergang vom deprotonierten Molekül jedes Analyten zum Fragmentation aufnehmen. Auf diese Weise werden in einer Messung einer Urinprobe nach entsprechender Vorbereitung (Festphasenextraktion/Flüssigphasenextraktion und Konzentrierung) zur Zeit 34 Diuretika überprüft. Im Falle eines verdächtigen Signals im Analysenbericht einer Urinprobe wird speziell auf diese Verbindung eine zweite Analyse durchgeführt, die mindestens drei diagnostische Fragmentationen registriert, deren relative Intensitäten der jeweiligen Referenzverbindung entsprechen müssen. Ein Nachteil der LC-ESI-MS/MS Analytik von Diuretika ist, dass bestimmte basische Substanzen wie Triamteren oder Amilorid sehr schlechte Ionisierungseigenschaften im negativen Modus aufweisen. Eine Lösung dieses Problems kann entweder eine zweite Injektion der gleichen Probe unter positiver Ionisierung, ein Wechsel zwischen positiver und negativer Ionisation innerhalb eines Analysenlaufs in definierten Zeitfenstern, oder die Erfassung dieser speziellen Analyten in einer weiteren Prozedur in der regulären Antidopinguntersuchung jeder Urinprobe sein.

Literatur

- [1] International Olympic Committee. Prohibited classes of substances and prohibited methods. Lausanne, 2003.
- [2] Institut für Biochemie der Deutschen Sporthochschule Köln, www.dopinginfo.de, 2003.
- [3] Donike, M. Stickstoffdetektor und temperaturprogrammierte Gas-Chromatographie, ein Fortschritt für die routinemäßige Dopingkontrolle. Sportarzt und Sportmedizin, 1970, 21, 27.
- [4] Donike, M.; Zimmermann, J.; Bärwald, K. R.; Schänzer, W.; Christ, V.; Klostermann, K.; Opfermann, G. Routinebestimmung von Anabolika in Harn. Dtsch. Z. Sportmed. 1984, 35, 14-24.
- [5] Donike, M.; Geyer, H.; Gotzmann, A.; Kraft, M.; Mandel, F.; Nolteernsting, E.; Opfermann, G.; Sigmund, G.; Schänzer, W.; Zimmermann, J. Dope Analysis. In: P. Bellotti, G. Benzi

and A. Ljungqvist (eds.): International Athletic Foundation World Symposium on Doping in Sport. Florence, 1987, pp. 53-80.

- [6] Kuuranne T.; Kotiaho, T.; Pedersen-Bjergaard, S.; Einar Rasmussen, K.; Leinonen, A.; Westwood, S.; Kostiainen, R. Feasibility of a liquid-phase microextraction sample clean-up and liquid chromatographic/mass spectrometric screening method for selected anabolic steroid glucuronides in biological samples. *J Mass Spectrom.* 2003, 1, 16-26.
- [7] Flenker, U., Schänzer, W.: Caffeine in Doping Control: Determination of ^{13}C in urinary excreted caffeine. *European Journal of Sport Science* 2001, 1, 2.
- [8] Thevis, M.; Opfermann, G.; Schänzer, W. Detection of the plasma volume expander hydroxyethyl starch in human urine. *J Chromatogr B* 2000, 744, 345-350
- [9] Thieme, D.; Grosse, J.; Lang, R.; Mueller, R. K.; Wahl, A. Screening, Confirmation and Quantitation of Diuretics in

Urine for Doping Control Analysis by High-Performance Liquid Chromatography-Atmospheric Pressure Ionisation Tandem Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. B* 2001, 757, 49-57

- [10] Deventer, K; Delbeke, F. T.; Roels, K.; Van Eenoo, P. Screening for 18 diuretics and probenecid in doping analysis by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Biomed Chromatogr* 2002, 16, 529-535
- [11] Thevis, M.; Opfermann, G.; Schänzer W. High speed determination of beta-receptor blocking agents in human urine by liquid chromatography/tandem mass spectrometry. *Biomed. Chromatogr.* 2001, 15, 393-402
- [12] Fluri, K.; Rivier, L.; Dienes-Nagy, A.; You, C.; Maitre, A.; Schweitzer, C.; Saugy, M.; Mangin, P. Method for confirmation of synthetic corticosteroids in doping urine samples by liquid chromatography-electrospray ionisation mass spectrometry. *J Chromatogr A.* 2001, 926, 87-95



- [13] Düsing, R. Diuretika – Pharmakologie und therapeutischer Einsatz. H. P. T. Ammon and C. Werning (eds.), *Med Pharm Komp* 3, Stuttgart 1986
- [14] Wilhelm, M.; deStevens, G. Antihypertensive Agents. *Prog Drug Res* 1976, 20, 197-259
- [15] Möhrke, W.; Ullrich, F. Metabolism of Diuretics. In: R. F. Greger, H. Knauf and E. Mutschler (eds.) *Handbook of experimental pharmacology*, v. 117. Berlin, New York, Springer Verlag, 1995, 173-200
- [16] Dinges, W. Alkylation of Acidic Organic Compounds for Gas Chromatographic Analysis. *Chromatographia* 1973, 6, 196-197
- [17] Thevis, M.; Schmickler, H.; Schänzer, W. Mass Spectrometric Behaviour of Thiazide-Based Diuretics after Electrospray Ionization and Collision-Induced Dissociation. *Anal. Chem.* 2002, 74, 3802-3808
- [18] Thevis, M.; Schmickler, H.; Schänzer, W. Effect of the Location of Hydrogen Abstraction on the Fragmentation of Diuretics in Negative Electrospray Ionization Mass Spectrometry. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 2003, 14, 658-670.

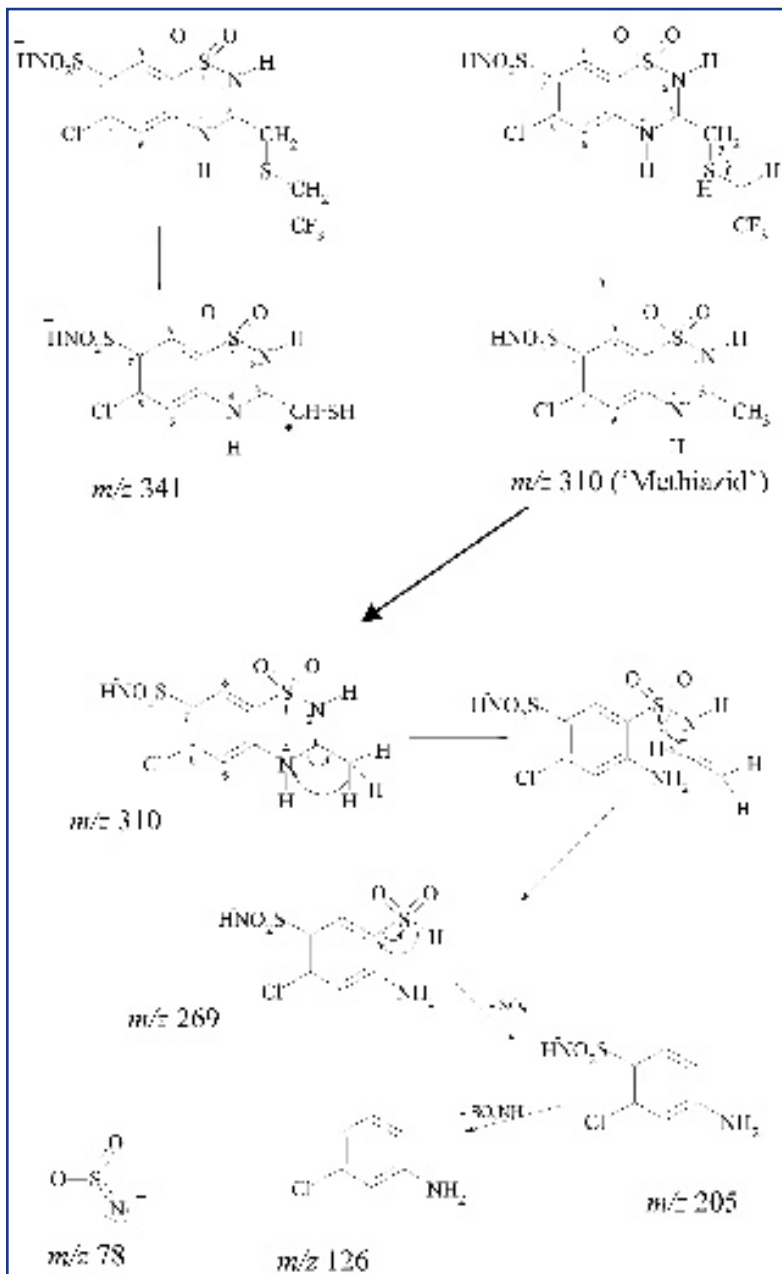


Abbildung 5: Postulierter Fragmentierungsweg von Epithiazid bzw. Methiazid zu den intensiven Ionen m/z 341, 310, 269, 205, 126 und 78. Hinweise auf Composition der einzelnen Fragmente wurden durch stabile Isotopenmarkierung verschiedener analoger Verbindungen erhalten.

Labors für spezielle Aufgaben 20

Synthese enantiomerenreiner Verbindungen

Vor rund 50 Jahren galt es noch als nahezu unmöglich, enantiomerenreine Verbindungen gezielt auf rein chemischem Wege herzustellen. Grund dafür war, dass chirale Verbindungen normalerweise in Form eines Racemats, das heißt als Mischung beider Händigkeiten im Verhältnis eins zu eins entstehen. Inzwischen wurden aber Methoden entwickelt, um Stoffe enantiomerenrein herzustellen. Auf diesem Gebiet arbeiten unter anderem die Wacker-Chemie und deren Forschungsgesellschaft, das Consortium für elektrochemische Industrie. CLB sprach mit Dr. Hans Pommerening, Global Sales Director Organic Fine Chemicals und Dr. Klas Sorger, Projektleiter im Fachbereich organische Synthese im Consortium.

Sorger erläutert: „Es gibt im Prinzip drei Möglichkeiten, eine chirale Verbindung enantiomerenrein herzustellen. Eine Methode ist die chemische Umwandlung eines bereits chiralen Ausgangsstoffs in das gewünschte chirale Zielmolekül, ohne dass dabei die Chiralität verloren geht. Die zweite Möglichkeit ist die Racematspaltung, das heißt das „Aussortieren“ eines racemischen Gemisches. Die gewünschte Händigkeit wird gezielt aus diesem 50 : 50-Gemisch abgetrennt. Und die dritte Möglichkeit ist es, ein chirales Molekül aus achiralem Ausgangsmaterial unter Zuhilfenahme eines chiralen Hilfsstoffes herzustellen. Die traditionelle

Form der Herstellung chiraler Produkte ist die Racematspaltung, die schon über 150 Jahre bekannt ist. Louis Pasteur hat 1848 zum ersten Mal die Enantiomere (Händigkeiten) von Weinsäuresalzen getrennt, und zwar damals noch mit der Pinzette unter einer Lupe. Das waren die Anfänge der Herstellung enantiomerenreiner Stoffe.“

Die Besonderheit des Racemats dieses Weinsäuresalzes ist, dass jedes der Enantiomere für sich allein kristallisiert. So bilden sich zwei Arten von Kristallen mit unterschiedlichem Aussehen, die Pasteur damals zufällig aussortieren konnte. Sorger: „Das ist aber nicht generell so. Pasteur fand eine besondere Form des mechanischen Aussortierens, üblicherweise verläuft die Racematspaltung anders. Zwei Möglichkeiten stehen hier zur Verfügung, entweder die klassische Racematspaltung, das heißt man setzt das Racemat mit einem chiralen Auxiliar zu einem kristallisierenden Feststoff um, wobei nur die gewünschte Händigkeit des Racemats auskristallisiert und sich dann aus der Reaktionsmischung abtrennen lässt. Die nicht gewünschte Händigkeit verbleibt in Lösung. Racematspaltung durch Kristallisation ist heute die industriell am häufigsten angewendete Form der Gewinnung von chiralen Verbindungen.

Die zweite Möglichkeit zur Racematspaltung benutzt Enzyme, also Biokatalysatoren, die gezielt die Reaktion des gewünschten Enantiomers mit einem geeigneten

Substrat katalysieren. Auch hierbei erhält man ein leicht abtrennbares Produkt, während die nicht gewünschte Händigkeit unverändert zurückbleibt. Diese Möglichkeit zur Racematspaltung und Herstellung chiraler Produkte gewinnt heute in der Industrie immer mehr an Bedeutung.

Wir haben bei Wacker mehrere Prozesse zur Racematspaltung entwickelt, zum Beispiel für Carbonsäuren. Hier können wir durch Kristallisation mit einem chiralen Amin ein Ammoniumsalz kristallisieren, aus dem wir eine Hydroxy-Carbonsäure als Baustein für ein Aids-Medikament gewinnen. Für ein Lacton (cyclischer Ester), ebenfalls Baustein für ein Medikament gegen Aids, haben wir einen enzymatischen Racematspaltungsprozess entwickelt, der bereits im technischen Maßstab durchgeführt wird.“

Asymmetrische Synthese

Zur dritten Möglichkeit, der asymmetrischen Synthese, erläutert Sorger: „Das ist die größte Herausforderung an den Chemiker, denn bei der asymmetrischen Synthese wird gezielt ein chirales Molekül nur einer Händigkeit hergestellt. Dabei gilt es, einen Auxiliar zu finden, einen Hilfsstoff, der die Bildung des gewünschten chiralen Moleküls bewerkstelligt. Wir konnten einen innovativen Prozess entwickeln, in dem ein chirales Produkt in fast ausschließlich einer Händigkeit hergestellt wird. Es ist uns zusätzlich auch gelungen, das chirale Auxiliar in sehr hoher Ausbeute zurück zu gewinnen, so dass wir es erneut in den Syntheseprozess schleusen können. Deshalb ist dieser Prozess insgesamt sehr ökonomisch und effizient.“

Wie geht man dabei vor? Man hat ein Zielmolekül, aber wie geht es dann weiter? Sorger: „Um ein Beispiel zu geben: Wir haben eine Technologie entwickelt, die

Abbildung 1:
Chiraler Hydroxyester – Baustein für ein Pharmazeutikum.

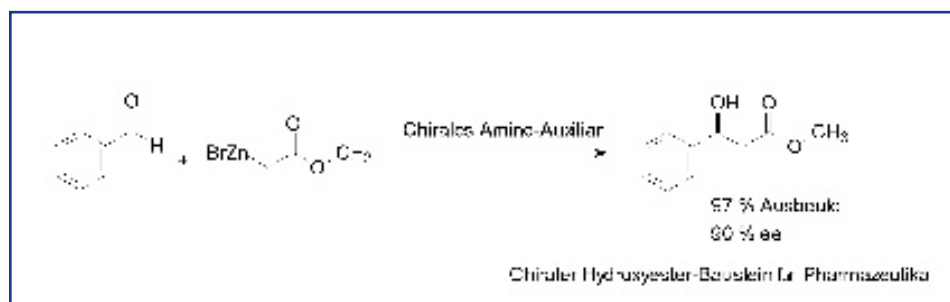




Abbildung 2: Basisgerät für die Screening-Versuche sind automatische Syntheseapparate, in denen jeweils zehn unterschiedliche Ansätze á zehn Milliliter bearbeitet werden können.

metallorganisches Know-how nutzt. Es werden zinkorganische Reagenzien verwendet, um dieses chirale Molekül herzustellen (Abbildung 1).

Das Zielmolekül ist ein chiraler Hydroxyester, Ausgangsstoffe sind Benzaldehyd und das zinkorganische Reagens. Entscheidend war es, ein Auxiliar zu finden, mit dem gezielt nur eine Händigkeit erhalten wird. Beide Ausgangsstoffe sind achiral, aber das Auxiliar ist chiral und überträgt seine chirale Information bei der Synthese auf die neue Verbindung. Im Labor testen wir, welches Auxiliar sich am besten für die Synthese eignet. Solche Reaktionen werden fast immer bei niedrigen Temperaturen durchgeführt, weil eine solche Reaktion mit sinkender Temperatur normalerweise immer selektiver wird.

Automatisch gesteuerte Synthesen

Für unsere Versuche verwenden wir automatische Laborreaktoren und Syntheseautomaten. Bei uns steht die Entwicklung eines wirtschaftlichen Prozesses mit kommerziell verfügbaren Ausgangsstoffen im Vordergrund. Es geht nicht nur um die Entwicklung einer innovativen Technologie, sondern vor allem um die technische Machbarkeit des Prozesses. Solche Fragestellungen beantworten wir mit Hilfe der Syntheseautomaten. Wir optimieren

den Prozess unter identischen Reaktionsbedingungen, variieren aber verschiedene Parameter (zum Beispiel Lösungsmittel, Temperatur, Stöchiometrie). Die unterschiedlichen Reaktionsparameter werden dabei vollelektronisch gesteuert. Auf diese Weise erarbeiten wir die optimalen Bedingungen.

Unsere Versuche beginnen meist im Kleinmaßstab mit einem Syntheseseautomaten mit zehn Units á zehn Milliliter, darin können aber auch kleine Reaktionen bis zu ein bis zwei Milliliter durchgeführt werden (Abbildung 2). Hier führen wir beispielsweise das Screening der verschiedenen Auxiliare für eine Racematspaltung

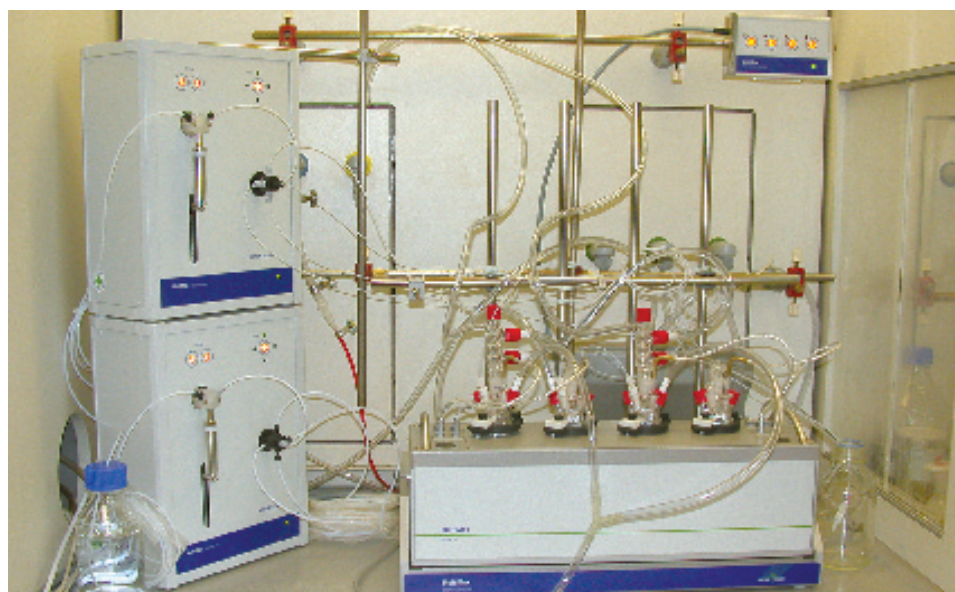
oder -synthese durch. Dann haben wir vier Reaktoren mit jeweils 50 Milliliter Reaktionsvolumen (Bild 3). Hier können wir im größeren Maßstab zum Beispiel parallel die gleiche Reaktion durchführen, wobei aber in jedem Reaktor ein Reaktionsparameter variiert und auf diese Weise die Synthese optimiert wird. Der Ein-Liter-Reaktor (Abbildung 4) dient hauptsächlich zum Upscaling, um Effekte, die beim Vergrößern der Reaktionsmenge auftreten, zum Beispiel vom zehn-Gramm-Maßstab in den 500-Gramm-Maßstab zu beobachten und unter möglichst technischen Bedingungen zu verifizieren.“

Gibt es an Universitäten oder beim Wettbewerb ähnliche Labors? Sorger nickt: „Beim Wettbewerb gibt es auf jeden Fall ähnliche Ausrüstungen, denn gerade in der Feinchemie ist es sehr wichtig, einen wirtschaftlichen, effizienten Prozess zu entwickeln. Hier spielen Prozessoptimierung und Scale-Up eine entscheidende Rolle. An Universitäten existieren inzwischen ebenfalls solche Apparaturen, wobei dort aber die Neuentwicklung von Technologien oder chemischen Reaktionen im Vordergrund steht.“

Schulung der Mitarbeiter

Welche Ausbildung ist bei den Mitarbeitern erwünscht? Sorger: „Unsere Teams haben in der Regel

Abbildung 3: Reaktoren mit jeweils vier Gefäßen á 50 Milliliter.



zwischen zwei bis fünf Mitarbeiter. Unsere Mitarbeiter sind von der Ausbildung her meistens Chemie-Laboranten oder chemisch-technische Assistenten. Wir bilden unseren Nachwuchs selbst aus – natürlich stoßen zu uns immer wieder auch extern ausgebildete Laboranten. Unsere Mitarbeiter schulen wir durch interne und externe Fortbildungen weiter, um sie mit neuen Themengebieten vertraut zu machen, beispielsweise wie optisch aktive Produkte durch chirale Synthesen hergestellt werden und wie man dann die chiralen Produkte analysiert.“

Wie misst man die Reinheit einer chiralen Verbindung? Sorger erläutert: „Die klassische Methode ist die Messung des Drehwertes. Ein Racemat hat den Drehwert von Null – das eine Enantiomere ist rechtsdrehend, das andere linksdrehend. Das ist eine Methode, um festzustellen, ob überhaupt Chiralität induziert wurde. Der genaue enantiomere Überschuss wird üblicherweise mit HPLC-Methodik bestimmt, und zwar unter Verwendung von chiralen Chromatographie-Säulen. Die Prüfsubstanz wird in diese Säule eingespritzt, und nach der Trennung werden die beiden Enantiomere in unterschiedlicher Zeit detektiert. Dann kann über die Fläche die Enantiomerenreinheit genau bestimmt werden. Das sind Routineuntersuchungen unseres analytischen Bereichs.“

Hauptanwendungsgebiet Pharmazeutika

Hauptanwendungsgebiet für chirale Produkte sind vor allem Pharmazeutika und Vorstufen bei der Herstellung von Medikamenten. Hat sich die Forschungsarbeit schon in Umsätzen ausgewirkt? Laufen solche Verfahren bereits im technischen oder halbtechnischen Maßstab? Pommerening schaltet sich ein: „Zur Zeit laufen vier Verfahren für chirale Zwischenprodukte in unterschiedlichen Stadien. Im Consortium werden seit etwa drei Jahren Methoden für bestimmte Zielmoleküle ausgearbeitet. Von diesen Ver-

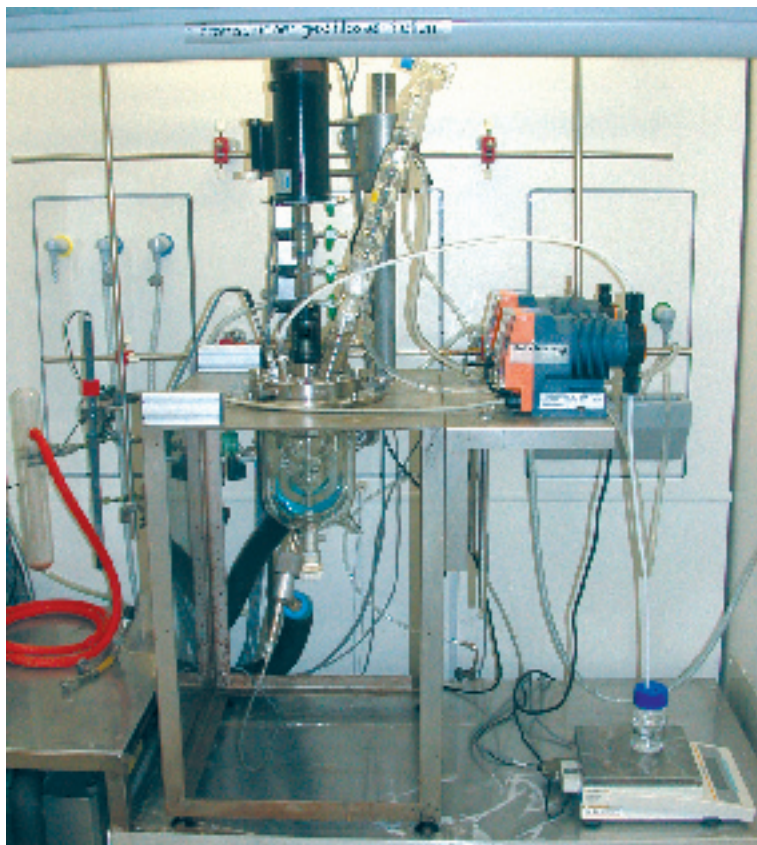


Abbildung 4: Der Ein-Liter-Reaktor dient hauptsächlich dazu, mit größeren Reaktionsmengen das Upscaling voranzutreiben (Alle Bilder: Consortium für elektrochemische Industrie, München).

bindungen haben inzwischen drei den Technikumsmaßstab erreicht. Diese Auftragssynthesen fallen in ein relativ frühes Stadium der Medikamentenentwicklung. Typischerweise werden wir von den großen Pharmafirmen in der „Klinischen Phase I“ angesprochen, das heißt wenn die Wirkstoffmoleküle die Tiertoxizitätstests bestanden haben und in die Erprobung beim Menschen eingehen.

Wenn ein solches Medikament fertig entwickelt und zugelassen ist, ist es unsere Intention, dem Kunden dieses Molekül zu verkaufen. Das ist ein hartes Geschäft, weil der Kunde meist mehrere Firmen anspricht. Deshalb muss man sich durch innovative Technik, aber auch durch Wettbewerbsfähigkeit, nämlich Preis, Qualität und so weiter durchsetzen. Das ist eine sehr langfristige Sache, weil üblicherweise vom ersten Kontakt bis zur Markteinführung zwischen vier und sieben Jahre vergehen, und erst dann, wenn der Kunde seinen

Wirkstoff wirklich auf dem Markt platzieren kann, kommen die größeren Mengen. Während der vier bis sieben Jahren der Entwicklung wechseln sehr hektische Zeiten in der Produktion mit Monaten relativer Ruhe. Wenn der Kunde einen Synthesebaustein braucht, ist der Hersteller – also wir – gezwungen, oft unter hohem Zeitdruck auszuliefern, um der Pharmafirma die zügige Herstellung des Medikaments zu ermöglichen. Das Medikament wird dann zum Beispiel in der klinischen Phase II streng kontrolliert an einer kleinen Zahl von Patienten erprobt. In dieser Phase herrscht bei uns relative Ruhe, die wir zur weiteren Optimierung der Synthese nutzen. Erst wenn diese Phase von der Pharmafirma erfolgreich abgeschlossen ist und für die nächsten Tests neuer Wirkstoff gebraucht wird, sind wir wieder gefordert, schnell unser Zwischenprodukt in der gewünschten Menge und Qualität zu liefern.“

Hans-Dietrich Martin, Köln



Entwicklungsbiologie Brachten Pilze den Sex?

Sexualität soll sich aus parasitären Systemen entwickelt haben. Einen kleinen Baustein für diese These fand jetzt Dr. Kerstin Voigt, Biologin am Pilzreferenzzentrum der Uni Jena forscht. Für sie sind Pilze ein offenes Buch, in dem wir etwas über unsere eigene Entwicklung nachlesen können. „Wahrscheinlich liefern Pilze sogar den Schlüssel zur Frage, wie der Sex (die sexuelle Fortpflanzung) auf die Welt kam“, berichtet sie.

In ihrer Habilitation über Jochpilze geht Voigt mittels genetischer Untersuchungen sowohl den verwandtschaftlichen Beziehungen der Pilze untereinander als auch denen zwischen Pilz und Mensch nach.

Pilze sind dem Reich der Tiere, nicht dem der Pflanzen zuzuordnen; sie sind quasi „stationäre Tiere“. Dabei stellen gerade die Jochpilze entwicklungsbiologisch gesehen innerhalb der Pilze ein Bindeglied zu sich geschlechtlich fortpflanzenden Lebewesen dar. Ihre Vertreter leben parasitisch auf anderen Pilzen, auf Pflanzen und in Menschen mit schwachem Immunsystem. Die Mechanismen, mit denen die Pilze ihren jeweiligen Wirt dazu „überreden“, sie auf ihm leben zu lassen und nicht gleich zu vernichten sind dieselben, die sie auch zur geschlechtli-

chen Fortpflanzung untereinander befähigen, erläutert die Biologin.

Indem die Urpilze auf Pilzen lebten „erfanden sie den Sex“, so Voigt. Denn sie begannen untereinander genetisches Material auszutauschen. Damit legten sie zum einen den Grundstein für ihre eigene weite Verbreitung. Zum anderen, so die Theorie der Evolutionsbiologen, wiesen sie den Weg aus der wenig flexiblen ungeschlechtlichen Reproduktionsweise hin zur Artenvielfalt höher entwickelter Lebewesen mit geschlechtlicher Fortpflanzung.

„Indem die Urpilze auf Pilzen lebten, also auch ihre nächsten Verwandten ausnutzten, erfanden sie den Sex. Denn sie begannen untereinander genetisches Material auszutauschen“, meint die Leiterin des Pilz-Referenz-Zentrums der Uni Jena, Dr. Kerstin Voigt. (F.: Günther/FSU)



Proteine, Gene und Hormone

Der Entwicklung von Blutzellen auf der Spur sind Wissenschaftler des Max-Delbrück-Centrum für Molekulare Medizin in Berlin und des klinischen Forschungsinstituts in Montreal/Kanada. Für eine normale Blutbildung ist das scl-Gen entscheidend; Veränderungen dieses Gens können beim Menschen T-Zell-Leukämien auslösen. Jetzt fanden die Forscher, dass für die Entstehung der Thrombozyten die gesamte Boten-RNA des scl-Gens verwendet wird. Im Gegensatz dazu wird für die Produktion von Erythrozyten nur ein verkürzter scl-Bauplan realisiert. So entstehen unterschiedlich lange SCL-Proteine. Das Startsignal für die Produktion der kürzeren oder längeren SCL-Proteine wird von Proteinfaktoren gegeben.

Die erstmalige vollsynthetische Herstellung zweier komplexer, wechselwirkender Proteine, das Ras-Protein und die Ras-bindende Domäne des Raf-Proteins gelang Forscher-Gruppen des Max-Planck-Instituts für Molekulare Physiologie in Dortmund und der University of Chicago. Ein Ras-Protein-Defekt kann wesentlich zur Krebsentstehung beitragen. Nun eröffnen sich neue Möglichkeiten, Tests für veränderte Ras-Proteine zu entwickeln, und die Wechselwirkung beider Proteine zu studieren.

Nicht nur genetische, auch epigenetische Veränderungen können zu Krebs führen. Forscher des Whitehead Institute am Massachusetts Institute of Technology, MIT, in Cambridge/USA, der Universität von Kalifornien, der Ludwig-Maximilians-Universität in München und des Max-Delbrück-Centrum für Molekulare Medizin in Berlin zeigten an Mäusen, dass durch Veränderung des Gens für DNA-Methyltransferase 1 aggressive Lymphknotentumore ausgelöst werden können. Die epigenetische Information betrifft die Methylierung von DNA und die Chromatinstruktur. Das veränderte Enzym führte zu einer Hypomethylierung und damit zur Destabilisierung des Genoms.

Das „Human Brain Proteome Project“ (HBPP), ein neu gegründetes internationales Forschungsvorhaben, will die Proteine des menschlichen Gehirns katalogisieren und charakterisieren, um Krankheiten wie Alzheimer, Parkinson oder Multiple Sklerose früher zu erkennen und besser zu therapieren. Koordiniert wird das HBPP vom Medizinischen Proteom-Center (MPC) der Ruhr-Uni Bochum und dem Institut für Humangenetik der Charité Berlin.

Das Genom des Milzbrand-Erregers vollständig entschlüsselt haben mehrere Forschergruppen vom Institute for Genomic Research (TIGR) und anderen Universitäten und Instituten. Sie verglichen das Genom von Bacillus anthracis, der als Biowaffe verwendet wird, mit denjenigen vom harmlosen Bacillus cereus und Bacillus thuringiensis, Verwandte derselben Virusfamilie. Es zeigte sich, dass von 5000 Genen nur etwa 150 Gene unterschiedlich sind, dass jedoch auch die Plas-mide eine wichtige Rolle für die Virulenz spielen.

Sensoren und Biochips

Einen Sensor für Geruchsquellen haben Wissenschaftler der Universität Bonn auf Basis von Quarz-Mikrowaagen entwickelt. Der hochempfindliche Chip registriert einige Düfte schon in Konzentrationen, die der Mensch noch gar nicht wahrnimmt. Einsatzmöglichkeiten sehen die Forscher überall dort, wo lästige Gerüche oder gefährliche Gase entstehen können, beispielsweise in Kläranlagen, auf Deponien, in der Tierzucht oder in Industriebetrieben.

Mit Hilfe von Bakterienproteinen haben Siemens-Forscher die Schlüsselbausteine für einen Gassensor hergestellt. Er soll Gase bereits in einer Konzentration von zehn ppm erfassen können. Die Forscher aus München-Perlach arbeiten mit einem Team der Technischen Universität Dresden zusammen, das aus Eiweißen eine künstlich geordnete Struktur erzeugt. Darin können katalytisch aktive Edelmetalle, zum Beispiel Platin, abgeschieden werden. Das Platin katalysiert chemische Reaktionen, wie beispielsweise die Oxidation von Kohlenmonoxid zu Kohlendioxid. Die bei dieser Umsetzung erfolgte Temperaturänderung ist das Messsignal zur Konzentrationsbestimmung.

Der Saarbrücker Lehrstuhl für Messtechnik von Prof. Dr. Andreas Schütze entwickelte kürzlich zum einen einen „Tanksensor“: Ein System auf der Basis eines virtuellen Multisensors, das innerhalb von maximal zwei Sekunden zwischen Benzin- und Diesel-Dämpfen unterscheiden kann. Zum anderen hat Schütze ein neuartiges Lecktestverfahren auf der Basis von Gassensoren patentieren lassen.

Einen Sensor zur Bestimmung des Alters von Ölen entwickelt das Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM in einem Projekt mit der Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen FVV. Auf einer Fingernagel-großen Fläche sind mehrere Elektroden angeordnet. Eine wichtige Messgröße ist die Total Base Number TBN. Um ein verlässliches Signal zu ermitteln, ist es weiterhin erforderlich, den Wassergehalt und die jeweilige Temperatur des Öls zu messen.

Schwingende Minispiegel, die samt aufgebrachtem Beugungsgitter wie ein Chip in Serie gefertigt werden können, finden Einsatz in einfach aufgebauten Spektrometern von zwei Fraunhofer Instituten. Damit lassen sich kostengünstige, transportable Spektrometer herstellen.

Die FRIZ Biochem GmbH hat vom Europäischen Patentamt ein Patent für seine Technologie der elektrochemischen Detektion von Hybridisierungsereignissen erhalten. Das Patent schützt photosynthetische Reaktionszentren und ähnliche Systeme als elektrochemischen Komplex für die LADER (Light Addressable Direct Electrical Readout) Technologie.

Pumpen statt diffundieren lassen

Flow-Thru-Bioanalyzesystem

Flow-Thru-Chips (FTC) mit passendem Analyzesystem ermöglichen ein skalierbares, flexibles Medikamenten-Screening mit reduziertem Zeitaufwand (etwa zwei bis drei Stunden), höherer Automatisierung, verbesserter Empfindlichkeit und weniger Bedarf an Testmaterial und Reagenzien.

Im Unterschied zu planaren Biochips aus Glas arbeitet ein 3D-Biochip mit einem dreidimensionalen Mikroarray. Dazu ätzt man auf nur einem Quadratzentimeter Chipfläche etwa eine Million feinsten Kanäle. Etwa 100 dieser Mikrokanäle werden je Sondenmolekül genutzt. Ein Chip ist typischerweise mit 100 bis 400 Sondenmolekülen beziehungsweise Genabschnitten (Spots) konfiguriert.

Ein weiteres Merkmal der 3D-Chips ist, dass die zu untersuchenden Moleküle (Analyten)

mehrmals im Chip hin und her gepumpt werden. Dadurch ist die Reaktionsgeschwindigkeit bei der Hybridisierung nicht mehr von der Diffusion abhängig und weitaus schneller als bei planaren Biochips. Durch die Kanalstruktur können 100mal mehr Moleküle miteinander reagieren als bei flächigen Biochips.

Zur Analyse bestückt man zunächst die Mikrokanäle mit bekannten Genen. Anschließend pumpt man die mit einem Wirkstoffkandidaten behandelten Proben mehrmals in den Kanälen hin und her. Nur die passenden Gene der Probe docken sich dabei an die bekannten Gene an der Kanalwand an. Ausschließlich an diese bindet der in einem weiteren Schritt zugegebene Farbstoff. Ein Vergleich der Lichtmuster von behandelter und unbehandelter Probe zeigt die Wirkstoffpotenz.

Ionische Flüssigkeiten als Lösungsmittlersatz

Vorteile der Nichtflüchtigkeit

Ionische Flüssigkeiten bestehen aus Salzen. Salze haben in der Regel einen hohen Schmelzpunkt: Kochsalz schmilzt bei über 800 Grad Celsius. Der Schmelzpunkt von ionischen Flüssigkeiten wird durch eine geeignete Auswahl der beteiligten Kationen und Anionen drastisch gesenkt. So ersetzen ionische Flüssigkeiten in vielen Anwendungen gängige, flüchtige Lösungsmittel.

Je nach gewählter Kation/Anion-Kombination sind die physikalischen und chemischen Eigenschaften einer ionischen Flüssigkeit sehr unterschiedlich.

Ionische Flüssigkeiten sind seit rund 90 Jahren bekannt. Eine große Anzahl neuer Materialien steht jedoch erst durch intensive

Forschung in den letzten acht Jahre zur Verfügung. Ionische Flüssigkeiten zeigen als alternative Lösungsmittel in chemischen und biokatalytischen Reaktionen interessante Eigenschaften: Ihre Nichtflüchtigkeit bietet verfahrenstechnische Vorteile. Zudem eröffnen ihre außergewöhnlichen Löslichkeitseigenschaften neue Möglichkeiten, eingesetzte Katalysatoren abzutrennen und wiederzuverwerten. Die ionische Flüssigkeit selbst kann in den meisten Fällen nach der Verwendung leicht zurückgewonnen und erneut eingesetzt werden.

Diese neuen Optionen rechtfertigen den Aufwand, ionische Flüssigkeiten für eine bestimmte technische Anwendung systematisch zu optimieren.

Prädiktive genetische Diagnostik DFG bezieht Stellung

Das Verständnis für den Zusammenhang zwischen genetischen Dispositionen und Krankheiten hat zu einem Anstieg genetischer Testverfahren geführt. Das geplante Gentestgesetz soll dem erheblichen Regelungsbedarf auf diesem Gebiet Rechnung tragen. Vor diesem Hintergrund hat die Senatskommission für Grundsatzfragen der Genforschung der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) hat eine neue Stellungnahme zur prädiktiven genetischen Diagnostik erarbeitet.

Die DFG schlägt vor, die Durchführung prädiktiver genetischer Tests von Gesetzes wegen Ärzten vorzubehalten. Durch die Überantwortung an den ärztlichen Berufsstand werde die Autonomie der Betroffenen geschützt und zugleich sichergestellt, dass eine adäquate Indikationsstellung erfolgt, angemessene Qualitätsstandards eingehalten werden und die Gebote der Schweigepflicht und des Datenschutzes gewahrt bleiben. Eine genetische Diagnostik nach primär kommerziellen Gesichtspunkten muss nach Auffassung der DFG verboten werden.

Bei genetischen Proben- und Datenbanken muss nach Ansicht der DFG die Gewinnung, Speicherung und Bearbeitung von Proben und Daten mit einem zuverlässigen Schutz der jeweiligen Spender vor missbräuchlicher Verwendung einhergehen.

Im Bereich des Arbeits- und Versicherungsrechtes plädiert die DFG dafür, prädiktive genetische Tests im Zusammenhang mit einem Arbeitsverhältnis nur dann durchzuführen, wenn der Test dem Schutz des Arbeitnehmers dient. Nach Auffassung der DFG sollten prädiktive genetische Tests nicht zur allgemeinen Voraussetzung für den Abschluss eines Versicherungsvertrages gemacht werden.

Die prädiktive genetische Diagnostik berührt zentrale Prinzipien unserer rechtlichen Grundordnung und unseres Selbstverständnisses. Der Umgang mit Ergebnissen aus genetischen Tests muss gewährleisten, dass das Recht auf individuelle Selbstbestimmung gewahrt bleibt, sofern es nicht die Rechte und Interessen anderer Personen verletzt. Das Recht auf Wissen sowie das auf Nichtwissen sind dabei von zentraler Bedeutung. Der Gesetzgeber hat die Aufgabe, durch entsprechende Regelungen dafür zu sorgen, dass Entscheidungen informiert getroffen werden.

Genetische Tests dürfen unter keinen Umständen dazu beitragen, bestimmte Personengruppen aufgrund ihrer Dispositionen auszuwählen oder zu diskriminieren.

Zukunftsbehandlung Xenotransplantation

„Ungeachtet mancher Erfolge können der Nutzen für die Patienten und die möglichen Risiken der Xenotransplantation noch nicht vollständig abgeschätzt werden“. Dieses Fazit zieht Prof. Reinhard Kurth, Präsident des Robert Koch-Instituts für das 6. Minisymposium Xenotransplantation.

In Neuseeland wurden Schweinezellen auf Diabetiker übertragen, um ihre Krankheit zu heilen, vorerst allerdings nur mit geringem Erfolg. Seit kurzem gibt es gentechnisch veränderte Schweine auch bei der Bundesforschungsanstalt für Landwirtschaft. Damit können zukünftig Schweine, deren Gewebe für den Menschen durch gezielte genetische Veränderungen verträglicher gemacht wurde, in größerer Zahl als bisher erzeugt werden.

Drei Hürden müssen vor einer breiten klinischen Anwendung der

Molekulare Marker in der Diagnostik

Molekulare Marker könnten die frühzeitige Diagnose bestimmter Krankheiten besser als bisher ermöglichen. Spezifische Eiweißstoffe, die mit einem fluoreszierenden Farbstoff bestückt sind, heften sich beispielsweise an veränderte Zellstrukturen im Hirn. Im Falle einer rheumatoiden Arthritis gibt es Proteine, die an Zellen des Immunsystems haften. So markierte Zellen sind unter Fluoreszenzbedingungen sichtbar. Prof. Dr. Werner Kaiser, Tagungsleiter des ersten Workshops „Molekulare Bildgebung und Magnetische Nanopartikel“, nennt als Ziel, unter nicht-invasiven Bedingungen molekulare Veränderungen als Auslöser von Krankheiten aufzuspüren. Biologische Methoden kombiniert man dazu mit bildgebenden Verfahren wie Magnetresonanz oder Infrarotaufnahmen.

Xenotransplantation überwunden werden: die Verhinderung der Abstoßung des Transplantats, die Sicherstellung der Funktion des Transplantats im fremden Organismus und die Verhinderung der Übertragung von krankmachenden Mikroorganismen auf den Patienten.

Neben den immunologischen und physiologischen Aspekten der Xenotransplantation waren auch deren juristische und ethische Aspekte Thema beim Minisymposium. „Die DAX, in der Transplantationschirurgen, Immunologen, Physiologen, Veterinärmediziner, Mikrobiologen, Virologen, Ethiker, Industrie- und Behördenvertreter zusammenarbeiten, sieht gemeinsam mit der DTG ihre Aufgabe auch in der Erarbeitung von Kriterien für die klinische Anwendung der Xenotransplantation“, sagt Joachim Denner, DAX-Leiter und Organisator der Tagung.

Europäische Industrieunternehmen suchen Erfolgsrezepte Chemiebranche trotz Nachholbedarf erfolgreich

Trotz des wirtschaftlich schwierigen Umfelds in Europa im Jahr 2002 haben sich Unternehmen in den Bereichen Chemie, Maschinen- und Anlagenbau und Stahlindustrie mit unterschiedlichen Erfolgsstrategien behaupten können. Zu diesem Ergebnis kommt die von PWC (Pricewaterhouse Coopers) durchgeführte Untersuchung. Die Studie „Operational Excellence“ von Kalny Weilharter & Partner zeigt eine wichtige Erfolgsstrategie in der Verbesserung der internen Unternehmenstrukturen.

Für die Beurteilung der Unternehmen legt die Untersuchung „Industrial Performance Monitor 2003 – European Shareholder Return in the Industrial Products Sector“ von PWC den Total Shareholder Return (TSR) zugrunde. Der TSR ist definiert als prozentualer Gewinn (oder Verlust) eines Shareholders über einen bestimmten Zeitraum, unter der Annahme, dass ausgeschüttete Dividenden sofort in dieselben Aktien des Unternehmens reinvestiert werden.

Deutschland schwach

Unternehmen in der Eurozone fielen im Jahr 2002 hinter ihrer Konkurrenz vor allem in den USA und Großbritannien zurück. Dies ist

unter anderem auf das schwache Abschneiden Deutschlands zurückzuführen. Mit einem Anteil von 30 Prozent am Gesamtbruttosozialprodukt der Eurozone ist die deutsche Wirtschaft die größte innerhalb der untersuchten Länder. Die negative Entwicklung hierzulande lässt sich unter anderem auf eine zurückhaltende Investitionstätigkeit, den schwachen Arbeitsmarkt sowie die hohe Exporttätigkeit zurückführen.

Spezialchemie positiv

In Europa hat sich die Chemiebranche am besten entwickelt. Sechs Länder können positive TSRs vorweisen. Für die Untersuchung wurden 45 Unternehmen analysiert, mehr als die Hälfte hiervon erhielten positive TSRs von durchschnittlich 1,9 Prozent (siehe Tabelle). Insbesondere spezialisierte Chemieunternehmen mit Schwerpunkt auf nicht-zyklischen Märkten wie Nahrungsmittel- und Arzneimittelproduktion waren erfolgreich. Diese Bereiche profitieren von einer konstanten Verbrauchernachfrage. Der Fokus auf Produktinnovationen durch stetige Forschungs- und Entwicklungstätigkeit ist ein weiterer Erfolgsfaktor, mit dessen Hilfe Unternehmen ihre Marktanteile ausgeweitet haben.

Interne Unternehmensstrukturen verbesserungswürdig

Rund 80 Prozent der deutschen Manager stellen ihre internen Unternehmensstrukturen zur Zeit grundsätzlich in Frage. 90 Prozent der Befragten bezeichnen die Verbesserung der gesamten Prozesskette vom Einkauf über die Produktion bis hin zur Distribution als das zentrale Instrument zur Krisenbewältigung.

Dies sind die Kernergebnisse der Studie „Operational Excellence 2003“ der Unternehmensberatung Kalny Weilharter & Partner.

„Operational Excellence“ bedeutet das Schaffen von hervorragenden und flexiblen Prozessen entlang der Wertschöpfungskette – also Best-Practice-Strukturen vom Einkauf über die Produktion bis zur Distribution und damit zum Kunden. Sie ist die Grundlage für langfristig gute Unternehmensresultate und gilt als unentbehrlicher Baustein für das Schaffen von „Shareholder Value“.

Befragt wurden mehr als 200 europäische Unternehmen aus fünf Branchen (Automobil, Chemie, Konsumgüter, Maschinen- und Anlagenbau, Pharma).

Das Potential von „Operational Excellence“ schätzen die meisten Unternehmer auffallend hoch ein: So wollen rund 40 Prozent der Befragten in den kommenden zwei Jahren mit entsprechenden Programmen Einsparungen von fünf bis zehn Prozent realisieren. Weitere zehn Prozent erwarten sogar Einsparungen von zehn bis zwanzig Prozent.

In der Konsumgüterindustrie ist der Bedarf an „Operational Excellence“-Projekten im Branchenvergleich am höchsten. Großen Nachholbedarf weisen aber auch Chemie- und Pharma-Unternehmen auf. Das größte Potential sehen die Manager in der Reduktion der Verwaltungskosten sowie in der Verbesserung der „Supply Chain“ (Prozesskette). Hier sollen durchschnittlich bis zu neun Prozent eingespart werden.

E-Commerce war in den vergangenen Jahren ein zentraler Aspekt von „Operational-Excellence“. Heute spielt der Verkauf über das Internet nur noch für Chemie- und Pharma-Unternehmen eine herausragende Rolle. Anders verhält es sich mit dem Einkauf über das Internet: E-Procurement besitzt für alle befragten Branchen auch in Zukunft höchste Priorität.

Laut der PWC-Studie sind deutsche Chemieunternehmen vom dritten auf den achten Platz gefallen (Quelle Thompson Financial Datastream).

Platz (Vorhergehende Platzierung)	Land (Anzahl untersuchter Unternehmen)	5-Jahres TSR [%]
1 (8)	Spanien (3)	21,7
2 (4)	Österreich (2)	11,5
3 (5)	Frankreich (3)	3,4
4 (7)	Belgien (6)	2,9
5 (9)	Italien (2)	2,2
6 (1)	Niederlande (2)	1,4
7 (10)	Finnland (1)	- 0,9
8 (3)	Deutschland (11)	- 1,5
9 (6)	Großbritannien (8)	-4,3
10 (2)	Schweiz (7)	-5,1

Chemie-Auktionen

Die ChemSynergy AG mit Sitz in Meerbusch bei Düsseldorf präsentiert eine unabhängige, multifunktionale Internet-Handelsplattform für die chemische Industrie. Das Besondere dieses Handelsplatzes ist die zum Patent angemeldete Kombination neun unterschiedlicher Handelsmodelle mit Marktsegmenten und Produktgruppen und der geschlossene Bereich, in dem die Closed Room Auction (CRA) stattfindet. Die CRA ermöglicht es, Einkaufskontrakte zu versteigern. Das auf XML-Standard aufgebaute Clearingboard erlaubt die weitgehend automatisierte Abwicklung von Geschäftsabläufen. Die B2B-Lösung bietet die Einbindung strategischer Dienstleister zum Beispiel aus Logistik, Lagerung, Versicherung und Bankwesen. www.synergy.com.

Carbonfaser-Geschäft

Immer häufiger ersetzen Verbundstoffe auf Basis von Carbonfasern bisher verwendete Materialien. Beispielsweise im Fahrzeugbau (Autos, Schiffe, Flugzeuge) oder auch in der Orthopädie-Technik sind Werkstoffe wie Metall den wachsenden Anforderungen etwa an Gewicht oder thermische Belastbarkeit nicht mehr gewachsen. Laut einer amerikanischen Studie soll der Anteil moderner Werkstoffe, zu denen Carbonfasern gehören, im Jahr 2010 über 40 Prozent erreichen. Allerdings kann ein hochveredelter Carbonfaser-verbundwerkstoff bis zu 1000 Euro je Kilo kosten – das ist ein Vielfaches des Stahlpreises. Eine neue Produktionstechnik von SGL Carbon in Wiesbaden könnte jetzt für einen Durchbruch sorgen. Der Prozess des „Webens“ der Faser-matten soll erheblich beschleunigt werden. Damit kann man dem erwarteten Bedarf an zusätzlichen Carbonfasern von sieben bis zehn Prozent jährlich preisgünstig nachkommen.

Biotechnologie-Branche

Einen leichten Rückgang der Zahl der Biotechfirmen verzeichnet der Deutsche Biotechnologie-Report 2003 der Beratungsfirma Ernst & Young. Die Anzahl sank von 365 in 2001 auf 360 in 2002. Dabei standen 26 Insolvenzen/Auflösungen, drei Aufkäufen, einer Fusion und einer Stilllegung 25 Neugründungen gegenüber. Die Zahl der Beschäftigten sank im Berichtszeitraum um sieben Prozent. Die Ausgaben für FuE fielen in der gleichen Zeit um elf Prozent, die Umsätze um drei Prozent. Dagegen wurden ein Viertel mehr medizinische Wirkstoffe in die erste klinische Phase aufgenommen.

Inverse Auktion

Das Deutsche Krebsforschungszentrum (DKFZ) führte nun in Form eines Pilotversuches eine Inverse Auktion durch. Zur Versteigerung stand ein Rahmenvertrag über die Lieferung von Computermonitoren an das Deutsche Krebsforschungszentrum, um den sich im Vorfeld neun Firmen beworben und schriftlich ihr Startangebot eingereicht hatten. Für das DKFZ war die Auktion ein voller Erfolg, über 20 000 Euro konnte man hiermit gegenüber den durchschnittlichen jährlichen Kosten aus dem Vorjahr einsparen.

OLED-Fertigung

Displays und Leuchtanzeigen auf Basis organischer Leuchtdioden (OLED) scheinen ein riesiges Markpotential zu haben. Die hauchdünnen Bildschirme bieten aus jedem Blickwinkel ein brillantes Bild und sind – im Gegensatz zu LCD-Anzeigen – voll videotauglich. Das Unternehmen Novaled GmbH setzt für ihre Flachdisplays und Beleuchtungssysteme dotierte OLEDs ein. Die ursprünglich vom Institut für Angewandte Photophysik IAAP der TU Dresden entwickelte Dotierungstechnik erhöht die Effizienz und senkt die Betriebsspannung der OLEDs.

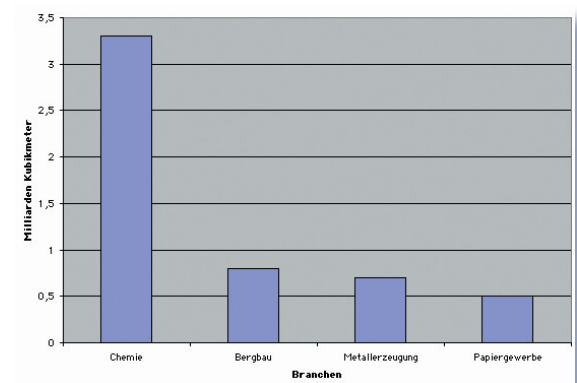
Chemikalienpolitik

Die Europäische Kommission hat einen aktuellen Entwurf der neuen Chemikaliengesetzgebung zur Diskussion ins Internet gestellt: <http://europa.eu.int/comm/enterprise/chemicals/index.htm>. Damit will man die Anwendbarkeit des REACH-Systems ermitteln und dann einen abschließenden Vorschlag abgeben.

Sinkender Frischwasserverbrauch

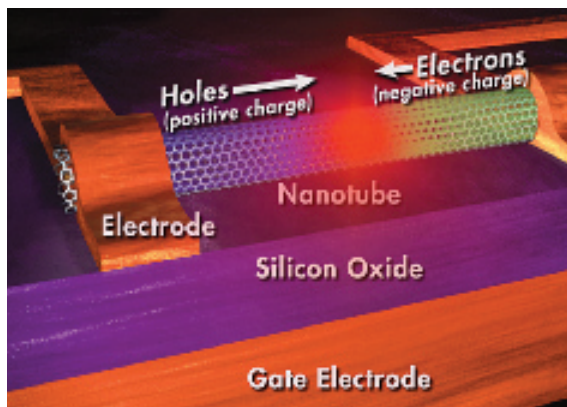
Die Industriebetriebe in Deutschland beanspruchen den Wasserhaushalt durch sparsamen Umgang mit Frischwasser weniger: Im Jahr 2001 wurden nach vorläufigen Angaben des Statistischen Bundesamtes von den Betrieben des Verarbeitenden Gewerbes sowie des Bergbaus und der Gewinnung von Steinen und Erden 7,8 Milliarden Kubikmeter Wasser durch Eigengewinnung den Ressourcen entnommen. Dies sind 8,7 Prozent weniger als 1998 und 13,9 Prozent weniger als 1995. Das Frischwasser wurde, insbesondere auf Grund von Kreislauf- und Kaskadenführungen, mehrmals – im Durchschnitt 4,9 mal – genutzt. Davon wurden 74,4 Prozent zur Kühlung von Stromerzeugungs- oder Produktionsanlagen, 20,8 Prozent für produktionsspezifische Zwecke und 4,8 Prozent für sonstige Zwecke benötigt.

In den vier wasserintensiven Branchen Chemie, Bergbau, Metallherzeugung und Papiergewerbe wurden 2001 über drei Viertel der gesamten Frischwassermenge eingesetzt (Quelle: Statistisches Bundesamt).



Hantieren mit Nanoröhren

Von gezielter Schichtbildung bis zur Lichterzeugung



IBM-Wissenschaftler injizieren über Elektroden positive und negative Ladungen in einer Kohlenstoff-Nanoröhre. Darin neutralisieren sie sich unter Lichtaussendung (Abb.: IBM).

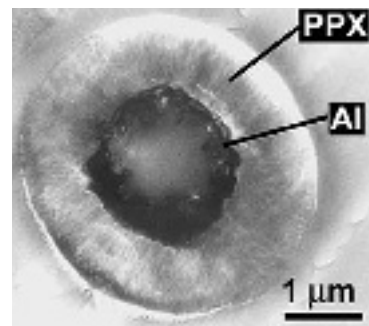
In Marburg baut man Nanoröhren schichtweise auf, in Tokyo erzeugt man isolierte Nanokabel, und IBM baut aus Nanoröhren Leuchtdioden – Entwicklungen, die nach Expertenmeinung teilweise schnell in ungeahnte Anwendungen münden können. Das lockt Gelder: Das US-Repräsentantenhaus will eine dreijährige Förderung der Nanotechnologie in den Vereinigten Staaten mit im Schnitt 787 Millionen US-Dollar pro Jahr vornehmen. Südkoreanische Ministerien wollen zwei Milliarden US-Dollar für das Nanotechnologie-Entwicklungsprogramm 2003 ausgeben.

Wissenschaftlern des Fachbereichs Chemie der Philipps-Universität Marburg ist es gelungen, Nano-Strukturen schichtweise aufzubauen. Zur Schichtbildung erzeugt man zunächst Kunststoff-Nanofasern mit Durchmessern bis unterhalb von zehn Nanometer. Bei der Beschichtungstechnik TUFT (Tubes by Fiber Templates) werden „Templatfasern“, Trägerstrukturen für die Beschichtung, aus der Gasphase oder aus Lösung mit unterschiedlichen Wandmaterialien beschichtet. Die Trägerfaser wird anschließend selektiv entfernt. Bei WASTE (Wetting Assisted Templating) werden die Wände der Poren einer porösen Trägerstruktur mit einer Polymerschmelze oder Polymerlösung benetzt; es bildet sich

ein dünner Wandfilm. Hieraus lassen sich ebenfalls Nanoröhren entwickeln. Solche „Marburger Röhren“ sollen sich nach Angabe der Wissenschaftler zum Einsatz in der Katalyse von Gas-Reaktionen oder in der Separation und Reinigung von Flüssigkeiten eignen.

IBM-Wissenschaftler haben aus Kohlenstoff-Nanoröhren mikroskopisch kleine Infrarot-Leuchtdioden hergestellt. Dazu konstruierten sie zunächst aus Kohlenstoff-Nanoröhren Feldeffekt-Transistoren. Die Röhren brachten sie auf Siliciumoxid auf und kontaktierten sie an den Enden mit Metall. Legt man nun eine spezielle Spannung an, kann man gleichzeitig Elektronen von der Quellen-Elektrode und Löcher von der Ableitungselektrode in die Nanoröhre pumpen. Wenn die Elektronen und die Positiv-Ladungen sich in der Röhre treffen, rekombinieren sie unter Erzeugung von Licht. Zahlreiche Halbleiterfirmen erforschen das Potenzial von Nano-Materialien. Infineon will beispielsweise ab 2005 Kohlenstoff-Nanoröhren als Kontaktbrücken zwischen zwei Metallschichten in ICs verwenden (siehe CLB 07/2003).

Wissenschaftler von der Universität Tokio haben winzige Drähte aus Polypyrrol inklusive der für ein Kabel notwendigen isolierenden Ummantelung hergestellt. Eine Lösung enthält das Ausgangsmate-



„Templatfasern“ wurden zuerst mit Aluminium und dann mit Poly-p-Xylylen beschichtet. Nach selektivem Entfernen des Trägermaterials erhält man Nanoröhren mit definiertem Innendurchmesser (Abbildung Uni Marburg).

rial für Silikat sowie Bausteine mit tensidischen Eigenschaften, aus denen später das Polypyrrol gebildet werden soll. Wird ein dünner Film der Mischung auf einen Träger gezogen und getrocknet, bilden die Tensid-Pyrrol-Hybride lange Mizellen, um die das Silikat kristallisiert. Nun bringen die Forscher die Pyrrol-Einheiten zur Polymerisation. „Ergebnis ist ein Komposit-Material aus langen, einzelnen Bündeln von Polypyrrolfasern, die in eine Silikat-Matrix eingebettet sind.“ erklärt der japanische Forscher Takuzo Aida. „Diese Kompositfilme können als Polypyrrol-Nanokabel mit einer Silikatummantelung als Isolierung angesehen werden.“ *RK*

Metalstrukturen ändern Länge durch Spannung

Wissenschaftler des Forschungszentrums Karlsruhe (FZK) entwickelten ein nanoporöses Metall, das sich beim Anlegen einer elektrischen Spannung reversibel ausdehnt. Zur Herstellung von nanostrukturiertem Platin überführt man reines Platin durch Verdampfen und anschließende Kondensation in weniger als fünf Nanometer große Partikel und presst sie zu einem nanoporösen Körper. Die Hohlräume füllt man mit einem Elektrolyten. Schon bei Spannungen unter einem Volt können in dem nanoporösen Platin Längenänderungen von bis zu 0,15 Prozent erzielt werden. Anwendungen sind laut FZK Dosiereinheiten, Schalter und Regler oder Messgeräte für elektrische Spannungen. Der umgekehrte Effekt – die Umwandlung von Beschleunigung in einen Stromimpuls (analog einem Piezokristall) – lässt sich für Bewegungs- oder Kraftsensoren nutzen. *MB*

Neue Broschüren

GRENZWERTELISTE 2003 Das **Berufsgenossenschaftliche Institut für Arbeitsschutz (BIA)** hat die wichtigsten Grenzwerte zu chemischen, biologischen und physikalischen Einwirkungen in einer Liste zusammengestellt. Sie enthält die Gefahrstoffgrenzwerte (MAK, TRK und BAT) aus der TRGS 900 und TRGS 903 sowie die Einstufungen der TRGS 905 sowie Grenzwerte und Beurteilungswerte für Innenräume, Lärm, Vibration, thermische Belastungen, Strahlung, Elektrizität, biomechanische Belastungen und Hinweise zu biologischen Einwirkungen. www.bia.de.



VITLAB-KATALOG Der neue Katalog mit stark erweitertem Produktprogramm ist jetzt bei **Vitlab** verfügbar und zeigt Liquid – Handling – Geräte, Einmalartikel, Volumenmessgeräte, PFA/Fluorkohlenstoff Produkte, Proben – und Laborgefäße, Labor – Hilfsmittel, OEM / Promoline Produkte. Bestellen können Sie den Katalog unter www.vitlab.de.



JOB BEN Studierende, die nach den Regelungen der neuen Minijobs arbeiten und zugleich BAföG empfangen, können Kürzungen erfahren. Auswirkungen können sich auch bei der Krankenversicherung ergeben. Außerdem sollten alle Studierenden darauf achten, dass sie nicht mehr als 7188 Euro im Jahr verdienen – inklusive BAföG-Zuschuss. Alle Neuregelungen, die ab April 2003 für das Jobben neben dem Studium gelten, sind in dem aktuellen Flyer des **Deutschen Studentenwerks (DSW)** zusammengefasst (www.studentenwerke.de, Bereich Studienfinanzierung/Jobben).



COATINGS PARTNER Auf 40 Seiten bietet das Magazin der **BASF Coatings AG** eine Übersicht über die globalen Tätigkeitsfelder des Unternehmens. Das Fallbeispiel aus Japan zeigt wie das Joint Venture mit einem japanischen Unternehmen die Einführung von ökoeffizienten Lacksystemen vorantreibt. Berichte aus Forschung und Entwicklung erläutern erweiterte Optionen für Produktanwendungen und Zukunftstechnologien. Neugierige und Interessierte können das Magazin im Internet unter www.basf-coatings.de bestellen.



BLICK Die Bekämpfung tropischer Parasiten, Aspekte der Allergie-Behandlung, Transplantation von tierischem Gewebe auf den Menschen, Stimulation des Immunsystems mit Antikörpern, Bakterien als Impfstoffträger – das sind einige der Themen der Zeitschrift der **Universität Würzburg**. Darüber hinaus finden sich rund 40 weitere Berichte über Forschungsprojekte aus fast allen Fakultäten. Das 154 starke Heft ist kostenlos erhältlich unter Tel 0931 312751 oder E-Mail: presse@zv.uni-wuerzburg.de.



TERMINE

11. -- 12.06.2003

Reverse Transcription (RT-PCR)

Seminar von Eppendorf in Berlin
Tel. 040 538 01363; www.eppendorf.de

23. -- 24.06.2003

Herstellung dünner Schichten

Veranstaltung des Otti Technik-Kollegs in Würzburg
Tel. 0941941 2968820; www.otti.de

24. -- 26.06.2003

Betrieblicher Umweltschutz.

Neues Handlungsfeld für den Betriebsrat

Dreitägiges Einsteigerseminar für Betriebsräte des Umweltinstitut Offenbach
Tel. 069 810679; www.umweltinstitut.de

25. -- 26.06.2003

Messunsicherheit nach GUM praxisgerecht bestimmen

DIN-Seminar in Berlin
Tel. 030 26012518; www.din.de

01.07.2003

Elektroden in der Potentiometrie – Grundlagen, Applikationen, Neuentwicklungen

Seminar von Metrohm in Burghausen
Tel. 0711 7708812; www.metrohm.de

01.07.2003

Industrielle Anwendungen der Nah-Infrarot (NIR) Chemometrie

Seminar vom Haus der Technik Essen in München
Tel. 0201 18031; www.hdt-essen.de

07. -- 11.07.2003

Chemikalienverbotsverordnung – Lehrgang mit Sachkundeprüfung

Lehrgang im Fortbildungszentrum für Technik und Umwelt des Forschungszentrums Karlsruhe
Tel. 07247 824801; <http://fortbildung.fzk.de>

19. -- 20.08.2003

Regulatorische Anforderungen an die Durchführung klinischer Studien

Intensivseminar des Pharmaceutical Training Institut PTI in Bern
Tel. 06196 585131; www.pti-aktuell.de

19.09.2003

Direkte Feststoff-AAS – Grundkurs

Anwenderseminar von Analytik Jena
Tel. 03641 77-70; www.analytik-jena.de

Intelligente Ergonomie

Die von Leica durchgeführten detaillierten Studien zu entspannter Arbeitsposition am Mikroskop führten zu eindrucksvollen neuen Lösungen:

Ein Komforttubus passt Einblickhöhe, Einblickwinkel und Okularauszug zum Körper an eine natürliche und auch variabel entspannte Mikroskopierhaltung und die Körpergröße an. Fokus- und Bedienknöpfe garantieren durch Gestaltung und Lage ein effektives und bequemes Mikroskopieren selbst über viele Stunden.

Das universell zu konfigurierende Mikroskop für die Materialwissenschaften ist das DM4000 M, das alle Applikationsfelder budgetgerecht abdeckt. Es erkennt das gewählte mikroskopische Verfahren, die optischen Komponenten und optimiert alle beeinflussenden Parameter, wie zum Beispiel Apertur, Beleuchtungsintensität, Farbtemperatur. Alle Parameter können durch den Anwender ständig überschrieben werden und als neue „Default“-Werte bei Bedarf zur Verfügung stehen. Alle Bedienknöpfe können frei programmiert werden, indem

eine an die jeweilige Aufgabe oder persönliche Vorlieben angepasste Funktionszuweisung vorgenommen wird.

Diese Automatisierung ist nicht eine Option einer Luxuskonfiguration der neuen Leica Mikroskop-Generation, sondern Bestandteil bis zu den Routineausstattungen und kommt damit dem Trend in Industrie und Forschung entgegen, dass zur Inspektion von mikrostrukturierten Komponenten immer mehr Mikroskope von Anwendern genutzt werden, die sich effektiv auf ihre Aufgabe konzentrieren müssen und nicht auf eine komplizierte Bedienung mit hohem Ausbildungsaufwand.

Die Daten der geplanten Roadshow zur Einführung des DM4000 M sind zu erfahren unter www.simply-microscopy.com.

Leica Mikrosysteme VertriebsGmbH
D-64625 Bensheim
Tel 06251 136131 Fax 06251 136133
www.leica-microsystems.com

arbeiten nach dem Prinzip der verlorenen Reinigung zur Vermeidung einer Crosskontamination.

Alle Komponenten sind auf einem fahrbaren Rahmen aus Edelstahl montiert. Die Steuerungstechnik befindet sich ebenfalls auf dem Grundrahmen. Alle Armaturen sind für den Chemie- und Pharmabetrieb ausgewählt und getestet. Die Dichtungen sind aus EPDM. Die Verrohrung erfolgt in pharmagerechter Ausführung. Die Verbindungen sind mit Sterilverraubungen oder Clamp-Verbindungen ausgeführt.

Die Reinigungsapparate lassen sich als eigenständiges Reinigungsmodul betreiben. Alternativ können sie aber auch in einen übergeordneten Prozess eingebunden werden. Alle Reinigungsprogramme sind frei wählbar. Der eigentliche Programmablauf der Reinigung ist von den zu reinigenden Anlagen und den dafür notwendigen Reinigungszyklen abhängig. Die erforderlichen Parameter sind im Programm leicht den jeweiligen Gegebenheiten anzupassen. Die PharmaCIP-Module werden mit einer kompletten CE-gerechten Dokumentation ausgeliefert.

Westfalia Separator AG
59302 Oelde
Tel 02522 77 2172 Fax 02522 77 2082
www.westfalia-separator.com

Vollautomatische, chemische Reinigung

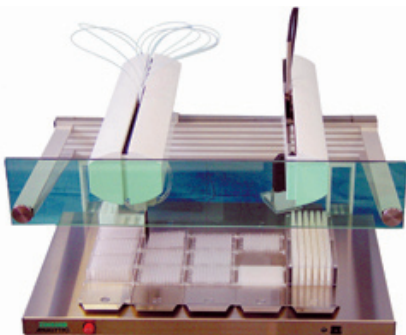
Westfalia Separator präsentiert mit PharmaCIP neue Module für die chemische Reinigung in der chemischen und pharmazeutischen Industrie, sowohl von Zentrifugen, Behältern, Komponenten und Rohrleitungssystemen. Die CIP-Module sind schnell und einfach in den Prozess zu integrieren und reinigen reproduzierbar und wirtschaftlich.

Es gibt zwei Ausführungen: Der Typ PCA 5 deckt mit einem 250 Liter CIP-Behälter den Leistungsbereich von 500 bis 5000 Liter pro Stunde ab. Mit einem Volumen von 500 Litern und einer leistungsstärkeren CIP-Pumpe übernimmt der Typ PCA 10 die Reinigung von Volumenströmen von 2000 bis 10000 Litern pro Stunde. Die Reinigungsanlagen



Pipettierroboter

LISSY 2002 ist ein neuer Laborroboter von Zinsser. Das schlanke Design vereint Robotic- und Liquid-Handling auf dem Arm, der über einen in verschiedenen Längen erhältlichen X-Antrieb den variablen Arbeitstisch sowie externe Module bedienen kann.



Der Roboter ist mit einem oder zwei Armen erhältlich, mit acht Dosiernadeln je Arm. Dadurch sind bis zu 16 Pipettierkanäle möglich oder bis zu acht Pipettierkanäle kombiniert mit einem Greifer. Hohe Arbeitsgeschwindigkeit, schnelle Armbewegung und neuartige Dosierpumpen machen das Gerät viel schneller als herkömmliche Systeme. Der Greifer verfügt über einen 350 Grad Drehmechanismus. Mit dem Greifer lassen sich Platten aufnehmen, transportieren und um 90 Grad oder 180 Grad umsetzen. LISSY 2002 ist das ideale System für schnellen Durchsatz von 96er und 384er Platten.

Zinsser Analytic GmbH
D-60489 Frankfurt
Tel 069 7891060 Fax 069 78910680
www.zinsser-analytic.com

und großer Zeitersparnis. Sowohl die Anzahl der durchzuführenden Schritte als auch die Anzahl der einzusetzenden Pufferlösungen sind stark reduziert. So kann eine einzelne Präparation in neun Minuten, 24 Präparationen können in nur 22 Minuten durchgeführt werden.

Die neuartige Technologie des Fast Plasmid Kits ermöglicht durch enzymatisch und osmotisch gesteuerte Prozesse die Bakterienlyse in einem einzigen drei-minütigen Schritt. Das Lysat ist klar und wässrig und wird ohne einen Zentrifugationsschritt auf die Säule gebracht. Das Plasmid wird an die Membran gebunden und nach einem einzigen Waschschrift eluiert. Die Plasmid-DNA kann unmittelbar in anspruchsvolle weiterführende Applikationen eingesetzt werden.

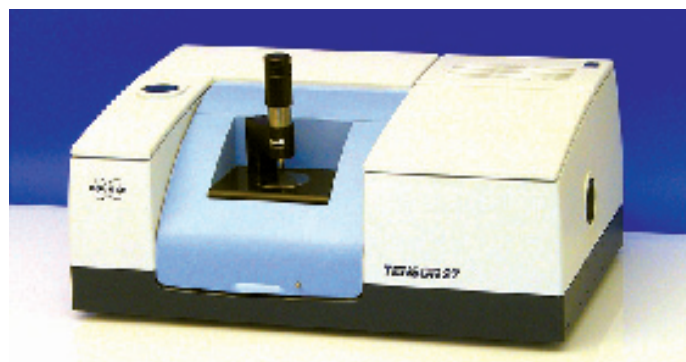
Es können bis zu 20 Mikrogramm high-copy und bis zu zehn Mikrogramm low-copy Plasmid-DNA aus 1,5 Millilitern Bakterienkultur isoliert werden. Die durchschnittliche Ausbeute mit einem high-copy Vektor und Anzucht in LB Medium beträgt zehn Mikrogramm.

Die Qualität der DNA zeigt sich bereits in einer $OD_{260/280}$ von 1,8 und beweist sich in Sequenzierdaten mit Leselängen von über 600 Basen. Fast Plasmid überzeugt durch schnelle und einfache Handhabung und Plasmid-DNA höchster Qualität.

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

Infrarotanalytik

Die DuraSamplIR Diamant ATR von SensIR integriert sich nahtlos in das FT-IR-Spektrometer Tensor von Bruker Optik. Diese Kombination schließt das Eindringen von Verunreinigungen in den Probenraum aus und stellt selbst bei nicht optimalen Laborbedingungen, wie zum Beispiel staubiger Luft, einen dauerhaften Betrieb sicher. Die Flexibilität des Tensor bleibt erhalten: Das integrierte Messzubehör kann leicht gegen jedes andere beliebige Messzubehör ausgetauscht werden.



Gelten andere ATR-Kristallmaterialien als problematisch im Umgang mit diversen Chemikalien, so sind die Diamant ATR-Kristalle gegen solche Einflüsse resistent. Kein Zerkratzen bei harten Pulvern oder Oberflächen, keine Korrosion, keine Probleme bei der Reinigung: in hartnäckigen Fällen können auch Scheuermittel und aggressive Lösungsmittel herangezogen werden.

Bruker Optik GmbH
76275 Ettlingen
Tel 07243 504 600
www.brukeroptics.de

Isolierung von Plasmid-DNA

Der Fast Plasmid Mini Kit von Eppendorf ist ein Kit zur schnellen und effizienten Isolierung qualitativ hochwertiger Plasmid-DNA. Die echte Ein-Schritt-Lyse führt zu vereinfachter Handhabung



**CLB-Mediadaten und
Links zu Firmenseiten:**

www.clb.de

Mikrowellen-Aufschlussgerät

Die neuen Star Plus Mikrowellen-Aufschlussgeräte sind die Weiterentwicklung mit der von CEM akquirierten Mikrowellen-Aufschlusstechnik von Prolabo/Frankreich. Die fokussierte Mikrowellentechnik des Star Plus-Systems ist weltweit einzigartig, um Proben für die Elementanalyse in offenen Gefäßen drucklos aufzuschließen. Kein anderes Produkt bietet die berührungslose patentierte Temperaturkontrolle in jeder Aufschlusskammer bei gleichzeitigem Aufschluss von verschiedensten Proben mit fokussierter Mikrowelle.



Der hohe Automatisierungsgrad und die Fähigkeit, Proben mit grosser Einwaage von mehreren Gramm aufzuschliessen, erlaubt jedem Labor seine Anwendungsmöglichkeiten zu verbessern. Eine Kombination von automatischer Reagenzienzugabe sowie einer eingebauten Absaug- und Neutralisationseinheit bieten ein sicheres und sauberes Arbeitsumfeld. Neu ist die Möglichkeit Reagenzien automatisch bis zur Trockene abzurauchen und dann anschliessend wieder mit Säure aufzunehmen.

CEM GmbH
47475 Kamp-Linzfort
Tel +49 (0)2842 964424
Fax +49 (0)2842 964426
www.cem.de

Rotationsviskosimeter

Das tragbare, netzunabhängige Viskosimeter proRho R180, ein klassisches Rotationsviskosimeter, wird für den Einsatz in Labor, Fertigung, Wareneingangskontrolle und Qualitätssicherung verwendet. Es bietet:

- Einpunktmessung zur raschen Ermittlung der Viskosität bei einer Drehzahl,
- Automatisch ablaufende Messverfahren zur Ermittlung von Fließkurven
- Anzeige der rheologisch relevanten Parameter: Temperatur, Messsystem, Messmoment, Schubspannung, Drehzahl, Schergeschwindigkeit, Viskosität
- Datenausgabe auf einen Drucker,
- Steuerung und Auswertung über einen PC.



Prorho GmbH
75382 Althengstett
Tel 07051 77176 Fax 07051 77187
www.prorho.de

Kapillarviskosimeter

Das neue Viskositätsmessgerät ViscoSystem AVS 370 von Schott-Geräte bietet genaue und reproduzierbare Messwerte, Flexibilität und Ausbaumöglichkeiten.

Es kann erstmals mit nur einem Gerät sowohl saugend als auch drückend gemessen werden. Dies führt zu einer einfacheren Abstimmung des Messverfahrens an die Probe und bedeutet eine erhebliche Kostenersparnis. Außerdem wird die Einrichtzeit am Messplatz reduziert, da immer beide Messverfahren verfügbar sind. Das System arbeitet mit der Kapillarmethode, der physikalisch genauesten Methode zur Bestimmung der Viskosität von newtonschen Flüssigkeiten.

Das Anwendungsspektrum umfasst hoch- oder niederviskose Flüssigkeiten ebenso wie transparente oder (mit entsprechenden TC-Viskosimetern) undurchsichtige und schwarze Flüssigkeiten. Der modulare Aufbau des Messplatzes mit der ViscoPump II ermöglicht den Anschluss von bis zu vier Messstel-

len. Unabhängig von den anderen kann jede Messstelle, gleiche oder unterschiedliche Proben drückend oder saugend messen.

Die Bedienung erfolgt über eine PC gesteuerte Software im echten Multitasking. Dadurch kann jede Messung unabhängig von den anderen Messungen bearbeitet werden. Zeitintensive Messungen können durchgeführt werden, ohne dass der Ablauf schnellerer Messungen behindert wird.

Schott-Geräte GmbH
55122 Mainz
Tel 06131 665119
www.schott.com



Ausbaufähiger Titrator Sequenzier-Software

Die Grundeinheit des Titrando-Systems lässt sich erweitern zu einem Titrator, der bis zu zwölf Büretten steuert mit bis zu sechs galvanisch getrennten Messinterfaces. Zusätzlich zu den potentiometrischen Titrationsmodi verfügen die Titrandos 835/836 über einen speziellen Regelalgorithmus für die Karl-Fischer-Wasserbestimmung. Dank seiner Modularität lässt sich das Titrando-System an jede Applikation anpassen.

Ob Sie den Titrando mit dem Touch Control per Finger bedienen oder via PC mit der Maus, Erscheinungsbild und Bedienung sind praktisch identisch. Methoden und Bestimmungen sind zu 100 Prozent kompatibel. Von einem

Applied Biosystems hat die zweite Version der Sequenzier-Software SeqScape herausgebracht.

Das Institut für klinische Genetik an der Universität von Leiden/Holland hat als eines der ersten Labors in Europa die Software getestet.

Sander Kneppers, der Laborleiter sagt: „Wir untersuchen mehrere Krankheiten, die mit insgesamt 80 bis 90 verschiedenen Genen korreliert sind. Mit dieser Version der Software detektieren wir sehr schnell Mutationen. Die Algorithmen sind verbessert worden und die analysierten Sequenzdaten werden leichter lesbar präsentiert. Das Datenaufkommen in unserem Labor ist im letzten Jahr um 25 Prozent gewachsen, und wir erwarten dieses Jahr den gleichen Daten-



zuwachs. Mit SeqScape können wir dieses Nadelöhr überwinden, besonders in Verbindung mit dem neuen 3730 DNA Analyzer von Applied Biosystems.“

Applied Biosystems

Tel +44 (0)1925 825650

Fax +44 (0)1925 825502

<http://europe.appliedbiosystems.com>

Erweiterbares Spektrometer

Mit dem MPA der Bruker Optik GmbH bekommen Sie die Komplettlösung für Ihre Methodenentwicklung. Das modulare und kompakte Spektrometer wird ab Werk Ihren Bedürfnissen angepasst. Sie können jedoch auch noch später weitere Messzubehöre hinzufügen, denn alle Kombinationen sind jederzeit möglich.

Das MPA bietet die umfassende Lösung für die Analyse von Flüssigkeiten, Feststoffen, Pulvern und Tabletten. Leistungsstarke Zubehöre ermöglichen einen hohen Probendurchsatz bei hervorragender Präzision. So kann zum Beispieldas automatisierte Probenrad mit 30 Messpositionen für Probengläschen wie auch Tabletten aller Formen und Größen gleichermaßen benutzt werden. Der Probenrotator für die Integrationskugel erhöht die Reproduzierbarkeit von Messungen heterogener Proben und mit bis

zu zwei unterschiedlichen Faser-sonden können Sie Flüssigkeiten und Feststoffe direkt in deren Behältern messen. Die Robustheit des Gerätes ermöglicht den Einsatz sowohl im Labor als auch im Produktionsbereich.

Bruker Optik GmbH

76275 Ettlingen

Tel 07243 504 600

www.brukeroptics.de

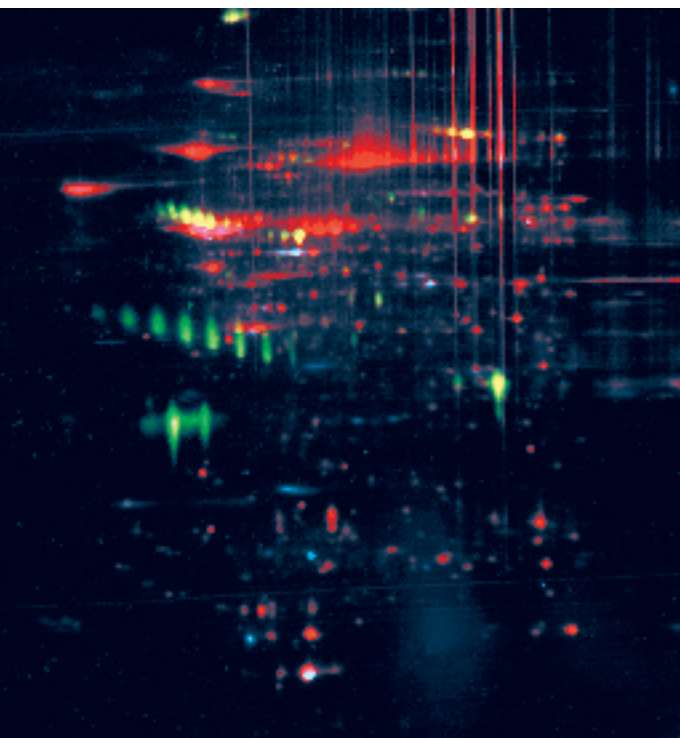


Chip in jeder Wechseleinheit/Dosiereinheit liest der Titrando alle Daten (Art des Reagenzes, Titer, letzte Titerbestimmung und vieles mehr) ab, die er für die fehlerfreie Durchführung der Titration braucht. Lab Link eröffnet dem Titrando betriebsinterne Netze und macht ihn internetfähig. Die Titrandos 835 und 836 verfügen über die zum Steuern von Probenwechslern erforderliche Intelligenz. Die Titrando-Systeme erfüllen die Anforderungen der FDA-Vorschrift 21 CFR Part 11.

Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG
In den Birken 3 D-70794 Filderstadt
Tel 0711 770880 Fax: 0711 7708855
www.metrohm.de

Proteomik-Plattform

Die neue Plattform für die Durchführung detaillierter Proteinanalysen von Molecular Probes erlaubt die direkte Detektion und Quantifizierung sowohl des Gesamtproteinanteils als auch spezifischer Proteine in ein und demselben Gel durch die Verwendung unterschiedlicher Fluoreszenzfarbstoffe.



Die traditionellen Methoden zur Proteinanalyse sind die Polyacrylamidgel-Elektrophorese (PAGE) samt den dazugehörigen Blotting-Techniken. Als nicht-radioaktive Visualisierungstechnik für sehr geringe Proteinwerte kommt in erster Linie die Silberfärbung von Gelen zum Einsatz. Fortschritte in der Proteomikforschung haben jedoch die Anwendung von Techniken mit hohen Durchsätzen erforderlich gemacht. Dies hat die Grenzen der absorptionsbasierten Techniken offenkundig gemacht und die Entwicklung der Proteindetektion auf Fluoreszenz- und Lumineszenzbasis vorangetrieben.

Die Multiplexed Proteomics-Plattform vereinigt die folgenden

Komponenten: Pro-Q Diamond – Molecular Probes neuer Fluoreszenzfarbstoff zur Detektion von Phosphoproteinen, den generellen Proteinfarbstoff Sypro Ruby, sowie Pro-Q Emerald als Färbemittel für Glykoproteine.

In Kombination erlauben diese Reagenzien die gleichzeitige Detektion mehrerer Protein-Targets in einer einzigen Probe im gleichen Gel. Auf diese Weise können aus wertvollen Proben größere Datenmengen gewonnen werden.

Die Multiplexed Proteomics-Technik vereinfacht die Identifizierung von Veränderungen in der Expression, sowie der posttranslationalen Proteinmodifizierung in Form von Phosphorylierung und Glykosylierung. Sie gestattet ferner den akkuraten und reproduzierbaren Vergleich mehrerer Proben.

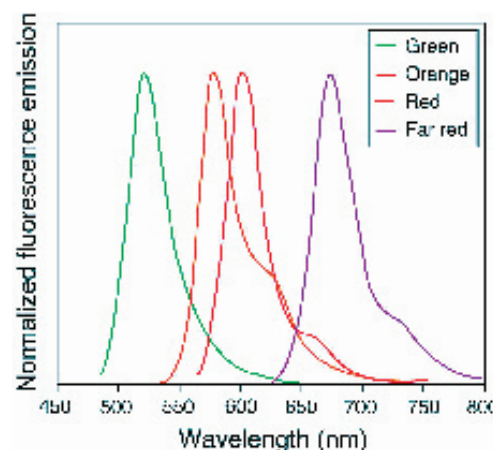
Molecular Probes Europe B.V.
2333 AA Leiden, The Netherlands
Tel +31 71524 1894
Fax +31 71524 1883
www.probes.com

Microplate-Lesegeräte

Molecular Probes führt RediPlate 96 Microplate-Intensitätsstandards ein. Diese Standards sind für Fluoreszenz-Microplate-Lesegeräte bestimmt und erlauben die zuverlässige Bewertung der Schwankungsbreite von Tag zu Tag und von Instrument zu Instrument.

Bei der Messung auf einem Microplate-Lesegeräte werden Fluoreszenzintensitäten von verschiedenen proben- und instrumentenabhängigen Parametern beeinflusst. Wenn deshalb Daten verglichen werden, die auf verschiedenen Instrumenten gewonnen wurden, oder wenn zwischen einzelnen Messungen längere Intervalle liegen, muss auf Standard-Fluoreszenzmaterialien Bezug genommen werden.

RediPlate Standards eignen sich für den Einsatz mit oben und unten ablesenden Microplate-



Lesegeräten. Die Microplate wird einfach in das Lesegerät eingegeben, und der Fluoreszenzoutput wird gemessen. Die hoch reproduzierbaren Analysekurven dieser Bezugsstandards bieten Linearität über einen breiten Messbereich, sowohl mit optischer als auch physischer Stabilität über mehrere Monate.

Diese Standards haben fotostabile Fluoreszenz, das heißt sie können ohne wesentlichen Intensitätsverlust mehreren Messungen unterzogen werden. Eine patentierte Beschichtung schützt das Fluorophor für den einfachen Transport und die einfache Lagerung.

RediPlate 96 Microplate-Intensitätsstandards gibt es zur Zeit in vier verschiedenen Erregungs- und Emissionswellenlängen über das Spektrum von sichtbar bis fast infrarot.

Molecular Probes Europe B.V.
2333 AA Leiden, The Netherlands
Tel +31 71524 1894
Fax +31 71524 1883
www.probes.com

**CLB-Mediadaten und
Links zu Firmenseiten:**

www.clb.de

Bezugsquellenverzeichnis

ANALYSEN

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

Ilse Beetz
Mikroanalytisches Laboratorium
Postfach 1164, D-96301 Kronach
Industriestr. 10, D-96317 Kronach
Tel. 09261 2426, Fax 09261 92376

ARÄOMETER

Amarell GmbH & Co KG
D-97889 Kreuzwertheim
Postfach 1280
Tel. 09342 9283-0
Fax 99342 39860

ARBEITSSCHUTZARTIKEL

Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
D-76161 Karlsruhe
Tel. 0721 56060

BSB-BESTIMMUNG

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

CHEMIKALIEN

Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
D-76161 Karlsruhe
Tel. 0721 56060

GERBU Biotechnik GmbH
Am Kirchwald 6, D-69251 Gaiberg
Tel. 06223 9513 0, Fax: 06223 9513 19
www.gerbu.de, E-mail: gerbu@t-online.de

DEUTERIUMLAMPEN

LOT
061 51/88 06-0
Fax 061 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

DICHTUNGSSCHEIBEN AUS GUMMI MIT AUFVULKANISIERTER PTFE-FOLIE

GUMMI WÖHLEKE GmbH
Siemensstr. 25, D-31135 Hildesheim
Teletex 5 121 845 GUMWOE
Tel. 05121 7825-0

DOSIERPUMPEN

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

FTIR-SPEKTROMETER-ZUBEHÖR

LOT
061 51/88 06-0
Fax 061 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

GEFRIERTROCKNER

Zirbus technology
D-37539 Bad Grund
Tel. 05327 8380-0, Fax 05327 8380-80
Internet: http://www.zirbus.de

GEFRIERTROCKNUNGSANLAGEN

Martin Christ GmbH
Postfach 1713
D-37507 Osterode/Harz
Tel. 05522 5007-0
Fax 05522 5007-12

Martin Christ GmbH
Postfach 1713
D-37507 Osterode/Harz
Tel. 05522 5007-0
Fax 05522 5007-12

STERIS

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

HOHLKATHODENLAMPEN

LOT
061 51/88 06-0
Fax 061 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com

KÜHL- UND TIEFKÜHLGERÄTE

Hettich ZENTRIFUGEN
Gartenstr 100
D-78532 Tuttlingen
Tel. 07461 705-0, Fax 07461 705-125
www.hettichlab.com
info@hettichlab.com

Kendro
Quality Products – Lifetime Care
Kendro Laboratory Products GmbH
Herausstr. 12-14, D-63450 Hanau
Tel. 01805 536376 Fax 01805 112114
www.kendro.de, info@kendro.de

KÜVETTEN

HELLMA GMBH & CO. KG
Postfach 1163
D-79371 Müllheim
Tel. 07631 182-0
Fax 07631 135-46
www.hellma-worldwide.com
aus Glas, Spezialgläser, Quarzgläser

LABORCHEMIKALIEN

Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
D-76161 Karlsruhe
Tel. 0721 56060

LABOREINRICHTUNGEN

Köttermann GmbH & Co KG
Industriestr. 2-10
D-31311 Uetze/Hänigsen
Tel. 05147 976-0 Fax 05146 976-844
http://www.koettermann.com

**Waldner Laboreinrichtungen
GmbH & Co. KG**
Haidösch 1, D-88239 Wangen
Tel. 07522 986-480, Fax 07522 986-418
www.waldner.de, labor@waldner.de

Wesemann GmbH & Co. KG
Postfach 1461, D-28848 Syke
Tel. 04242 594-0, Fax 04242 594-222
http://www.wesemann.com

LABORHILFSMITTEL

Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
D-76161 Karlsruhe
Tel. 0721 56060

LABOR-SCHLÄUCHE UND -STOPFEN AUS GUMMI

GUMMI WÖHLEKE GmbH
Siemensstr. 25, D-31135 Hildesheim
TeleTex 5121845 GUMWOE
Tel. 05121 7825-0

LABORZENTRIFUGEN, KÜHLZENTRIFUGEN

Hettich ZENTRIFUGEN
Gartenstr 100
D-78532 Tuttlingen
Tel. 07461 705-0, Fax 07461 705-125
www.hettichlab.com
info@hettichlab.com

Kendro
Quality Products – Lifetime Care
Kendro Laboratory Products GmbH
Herausstr. 12-14, D-63450 Hanau
Tel. 01805 536376 Fax 01805 112114
info@kendro.de, www.kendro.de

Sigma Laborzentrifugen GmbH
Postfach 1713
D-37507 Osterode/Harz
Tel. 05522 5007-0
Fax 05522 5007-12

Große
Anzeigen zu
teuer? Hier
kostet ein
Eintrag nur
4,50 Euro
pro Zeile,
ein Milli-
meter pro
Spalte 2,25
Euro!

LEITFÄHIGKEITS-MESSGERÄTE



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

LEITFÄHIGKEITSMESSUNG

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

MIKROSKOPE



Labor- und Routine-
Mikroskope
Stereolupen und
Stereomikroskope

hünd Wetzlar GmbH
Postfach 100, D-35570 Marburg
Tel. 0344 2104-0
Telefax 0344 2104-11

OLYMPUS OPTICAL CO.
(EUROPA) GMBH
Produktgruppe Mikroskope
Wendenstr. 14-18
D-20097 Hamburg
Tel. 040 237730
Fax 040 230817
email: microscopy@olympus-europa.com

OPTISCHE TAUCHSONDEN

HELLMA GMBH & CO. KG
Postfach 1163
D-79371 Müllheim
Tel. 07631 182-0
Fax 07631 135-46
www.hellma-worldwide.com
aus Glas, Spezialgläser, Quarzgläser

PARTIKELANALYSE



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

PH/REDOX-ISE-MESSUNG

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

PH-MESSGERÄTE

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

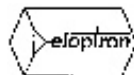


HANNA Instruments
Deutschland GmbH
Lazarus-Mannheimer-Straße 2-6
D-77694 Kehl am Rhein
Tel. 07851 9129-0 Fax 07851 9129-99

PHOTOMETR. WASSERANALYSE GERÄTE UND TESTSÄTZE

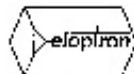
WTW, Weilheim
Tel. 0881 183-0, Fax 0881 62539

POLARIMETER



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

REFRAKTOMETER



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

REINIGUNGSMITTEL FÜR LABORGLAS



Carl Roth GmbH + Co.
Postfach 21 11 62
D-76161 Karlsruhe
Tel. 0721 56060

SAUERSTOFF-MESSGERÄTE



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

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

STERILISATOREN

Zirbus technology
D-37539 Bad Grund
Tel. 05327 8380-0, Fax 05327 838080
Internet: <http://www.zirbus.de>

TEMPERATUR-MESSGERÄTE

Amarell GmbH & Co KG
D-97889 Kreuzwertheim
Postfach 1280
Tel. 09342 9283-0
Fax 99342 39860



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

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

THERMOMETER

Amarell GmbH & Co KG
D-97889 Kreuzwertheim
Postfach 1280
Tel. 09342 9283-0
Fax 99342 39860

TIEFSTTEMPERATURMESSUNG

Cryophysics GmbH
Dolivostr. 9, D-64293 Darmstadt
Tel. 06151 8157-0, Fax 06151 8157-99
info@cryophysics.de

VAKUUMKONZENTRATOREN



Gartenstr 100
D-78532 Tuttlingen
Tel. 07461 705-0, Fax 07461 705-125
www.hettichlab.com
info@hettichlab.com

Zirbus technology
D-37539 Bad Grund
Tel. 05327 8380-0, Fax 05327 838080
Internet: <http://www.zirbus.de>

WASSERDESTILLIERAPPARATE



Ges. f. Labortechnik mbH
Postfach 1152
D-30927 Burgwedel
Tel. 05139 9958-0
Fax 05139 9958-21
info@GFL.de
www.GFL.de

Große
Anzeigen zu
teuer? Hier
kostet ein
Eintrag nur
4,50 Euro
pro Zeile,
ein Milli-
meter pro
Spalte 2,25
Euro!

Ecosphere: Verschenken Sie eine kleine Welt!



Eine solche Ecosphere gibt es auch als Geschenk für ein neues CLB-Abo! (siehe Rückseite)



Zu Hause, im Büro, im Klassenzimmer, im Wartezimmer: Immer eine Attraktion und ein Anschauungsbeispiel für den Stoffkreislauf des Lebens ist eine Ecosphere. Es gibt sie in verschiedenen Formen und Größen (siehe auch Umschlagseite 2) – jetzt auch über die CLB. Bitte senden Sie einfach diese Seite ausgefüllt als Kopie oder Fax an uns:

CLB-Leserservice
Bammentaler Straße 6 - 8
69251 Gaiberg

FAX-Hotline: 06223-9707-41

Lieferbedingungen:

Jede Ecosphere ist ein Einzelstück und wird mit Sorgfalt hergestellt. Dennoch gewährt der Hersteller Rückgabemöglichkeiten über die Garantie hinaus. Die Lieferzeit beträgt nach Eingang der Bestellung ca. 14 Tage.

Frachtschäden und fehlerhafte Menge: Ansprüche müssen innerhalb von 2 Tagen nach Erhalt beim Hersteller geltend gemacht werden.

Ersatz: Kleine und mittlere Kugeln und Eier werden bis zu einer Dauer von 6 Monaten nach Kauf mit Ausnahme der Frachtkosten kostenlos ersetzt. Für alle anderen Kugeln gilt eine entsprechende Vereinbarung über den Zeitraum eines Jahres.

Rückgabe und Kaufpreisvergütung: Für alle Rücksendungen benötigt der Kunde die Autorisation des Herstellers und eine Rückgabe-Nummer. Es werden 15 % des Kaufpreises und Frachtkosten für zurückgesandte Ecospheres berechnet.

Hiermit bestelle ich folgende Ecospheres (Preise incl. MWSt., zuzüglich Versand*):

Modell	Größe	Menge	Einzelpreis in Euro	Gesamtpreis in Euro
Kleine Kugel	10 cm Durchmesser		85	
Kleines Ei	13 cm Höhe		99	
Mittlere Kugel	13 cm Durchmesser		249	
Großes Ei	19 cm Höhe		249	
Große Kugel	16 cm Durchmesser		299	
Extra große Kugel	23 cm Durchmesser		499	

*Die Versandkosten variieren nach Produkt und Lieferadresse (Inland/Ausland). Für die Produkte „Kleine Kugel / Kleines Ei“ betragen sie im Inland 10 Euro.

Preis aller bestellten Ecospheres (in Euro, incl. MWSt.):

Ort und Datum

Unterschrift

Lieferadresse: Vorname & Name

Straße

PLZ & Ort

Telefon oder e-Mail

CLB

FAX-Hotline: 06223-9707-41

Für nur 87 Euro pro Jahr (incl. 7 % MWSt., zzgl. Versandkosten) erhalten Sie als persönlicher Abonnent monatlich die CLB mit dem MEMORY-Teil.

Top-Angebot: Jetzt gibt es für jedes neue Abonnement eine kleine Ecosphere (Bild hier; siehe auch Umschlagseiten 2 und 3). Sie zahlen dafür nur 10 Euro Versandkosten!

Abo-Bestellcoupon

- JA, ich möchte die CLB abonnieren. Ich erhalte als persönlicher Abonnent die CLB zunächst für ein Jahr (=12 Ausgaben) zum Preis von 87 Euro zzgl. Versandkosten (Inland: 12,80 Euro, Ausland: 23,20 Euro). Das Abonnement verlängert sich automatisch um ein weiteres Jahr, wenn es nicht bis acht Wochen vor Ende des Bezugsjahres gekündigt wird.
- JA, ich möchte zusätzlich zu dem Abo für nur 10 Euro Versandkosten (incl. MWSt.) eine 10-cm-Ecosphere-Kugel.

Datum / 1. Unterschrift

Name / Vorname

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.

Straße / Postfach

Land / PLZ / Ort

Datum / 2. Unterschrift

Telefon oder e-Mail

**Kostenlos Probehefte anfordern unter
Fax: 06223-9707-41 oder
e-Mail: service@clb.de
www.clb.de**



CLB
vermittelt
Wissen
konzentriert
Monat für Monat
aus Analytik, Biochemie
und anderen Bereichen moderner Chemie.

**...diese kleine Welt für jedes neue Abo!
(zzgl. 10 Euro Versandkosten)**

