

CLB

Chemie in Labor und Biotechnik

Analytik

Biotechnik

Optimierte Prozesse

Komplexe Materialien

Maßgeschneiderte Moleküle

Menschen und Chemie

Aus- und Weiterbildung



- Paläopathologie
- Röntgenfluoreszenzspektrometrie
- Papiermaché als historischer Verbundwerkstoff
- Mikroreaktionstechnik

standteile. Arbeiten, die die Ergebnisse dieser Methode mit denen der früher beschriebenen (*Tiselius, Antweiler*) vergleichen, ergeben eine gute Übereinstimmung. Für die klinischen Untersuchungen liegt der Vorteil der Papirelektrophorese eindeutig auf der Hand. Geringer Anschaffungspreis — man kann sich die Apparatur (s. Abb. 4) sehr gut selbst basteln — Verbrauch nur kleiner Mengen Materials und die Möglichkeit vieler gleichzeitiger Parallelversuche. Die Elektrophorese ermöglichte in manchen Fällen überhaupt erst die genaue Charakterisierung bisher unbekannter Krankheitsbilder.

1852—1952

Sechs „hundertjährige“ Nobelpreisträger

Der Nobelpreis ist wohl die höchste Auszeichnung, die ein Wissenschaftler erhalten kann. Zum erstenmal wurde er 1901, vor nunmehr etwa 50 Jahren, verliehen, und dieses Jubiläum ist im vergangenen Jahre festlich begangen worden. In diesem Jahre aber können wir ein Ereignis feiern, das allerdings nur in einem lockeren Zusammenhange mit dem Nobelpreis steht: sechs der ersten Naturwissenschaftler, denen der Preis verliehen wurde, hätten 1952 ihr 100. Lebensjahr vollenden können!

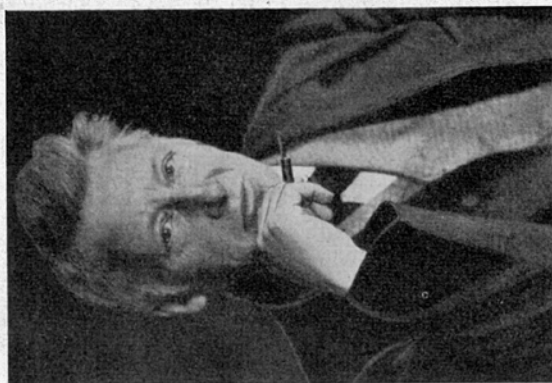
Van't Hoff

Als erster von ihnen erhielt Jacobus Hendricus Van't Hoff den Nobelpreis für Chemie. Es war die erste Nobelpreisverleihung überhaupt, und gleichzeitig mit ihm erhielten 1901 *W. C. Röntgen*, der Entdecker der nach ihm benannten Strahlung, und *E. v. Behring*, bekannt durch die Serumtherapie, die Auszeichnung.

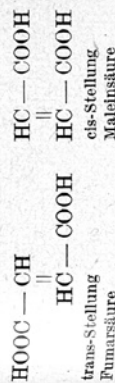
Van't Hoff wurde am 30. August 1852 in Rotterdam geboren. Er studierte u. a. bei *Kekulé* in Bonn, dem Entdecker des Benzolringes, bei *Wurtz* in Paris, und wurde, nachdem er zunächst in Amsterdam als Professor tätig war, 1896 Professor für Chemie an der Universität Berlin.

Am 1. März 1911 starb er in Steglitz und wurde in Dahlem begraben. Die drei wesentlichsten Reaktionstypen, die monomolekulare, bimolekulare und trimolekulare Reaktion hat Van't Hoff systematisch untersucht. Ferner erforschte er die Gesetze des osmotischen Druck-

kes. Die damit im Zusammenhang stehende Gefrierpunkterniedrigung, Siedepunkterhöhung und Dampfdruckerniedrigung konnte er quantitativ deuten. Der Nobelpreis wurde ihm dementsprechend als Anerkennung seiner Leistungen in Verbindung mit der Entdeckung der Gesetze der chemischen Dynamik und des osmotischen Druckes in Lösungen zuteil. Aber hiermit sind seine Arbeiten in keiner Weise erschöpft. Neben *Le Bel* ist er der Begründer der Stereochemie: er gelangte vom Einzelatom ausgehend zum organischen Molekül, wobei er den Begriff des Atommolekülls entwickelte. Wir verdanken ihm das Tetraedermodell des Kohlenstoffatoms, eine Grundlage der organischen Chemie, ohne die unsere moderne organische Chemie gar nicht mehr zu denken ist; baut man doch heute oft erst ein „Kalotten-Modell“ und prüft so durch rein räumliche Betrachtungen, ob das Molekül, das man synthetisieren möchte, überhaupt möglich ist. Die sich aus dem Tetraedermodell ableitende Stereoisomerie sah *Van't Hoff* voraus und *J. Wislicenus* (1835—1910) bewies sie dann an dem klassisch gewordenen Beispiel der Fumarsäure und der Maleinsäure:



Jacobus Hendricus van't Hoff (1852—1911)
(Photo Deutsches Museum München.)



Aber auch die Erscheinungen der optischen Aktivität lassen sich nur auf der Grundlage des Tetraedermodells verstehen.

Wenn wir also von unserem heutigen Standpunkt aus die Arbeiten *Van't Hoff's* betrachten, so möchte man sagen, daß die Entdeckung des Tetraedermodells für den Chemiker zumindest ebenso wichtig und bedeutsam war wie die Arbeiten, derentwegen ihm 1901 der Nobelpreis verliehen wurde.

Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

fasst man den Euro besser nur mit Schutzhandschuhen an? Bei der Konzeption des Euro hat man sicherlich viel an die äußere Erscheinung gedacht, wohl auch an Fragen des Materials – und des Materialwerts; schließlich hat man vor vielen Jahren die alten 5-DM-Münzen durch „Bildschirmfünfer“ ersetzt, weil der Silberwert der alten Münze drohte, höher als der Münzwert zu werden. Hätte man nur auch ein paar elektrochemische Untersuchungen mit den neuen Münzen gemacht: Die zweifarbigen 1- und 2-Euro-Münzen, die unterschiedliche Legierungen in sich vereinen, setzen bis zu 320 mal mehr Nickel frei als EU-Richtlinien zulassen! Und Nickel steht an vorderer Stelle der Kontaktallergika. Obwohl – bzw. gerade weil – der Nickelanteil des silbernen Materials in den Münzen nur 25 Prozent, der des messingfarbenen sogar nur fünf Prozent beträgt, löst Hand-schweiß aus den Münzen mehr Nickel als aus dem reinen Metall. Grund dafür sind elektrochemische Vorgänge zwischen den verschiedenen Legierungen und dem salzhaltigen, elektrisch leitenden Schweiß. Euromünzen in einer Hand sind praktisch kleine Batterien und korrodieren auch unter Schweißeinfluss.



Auch im Alltag ist eben naturwissenschaftliches Querschnittsdenken gefragt, will man solche oder ähnliche Fehler vermeiden. Unverständlich ist in diesem Zusammenhang die Äußerung des FDP-Bundesvorsitzenden Dr. Guido Westerwelle: „Das Sinnloseste, was ich je gelernt habe, war der Zitronensäurezyklus. Ich weiß nicht, was das ist.“ Der Rechtsanwalt, der ja als Politiker auch für eine Stärkung von Forschung und Bildung eintritt, äußerte dies im ARD-Morgenmagazin vom

4. Juli, und die GDCh machte in ihrer aktuellen „Nachrichten“-Ausgabe darauf aufmerksam. Für Analytiker ist Querschnittsdenken Grundvoraussetzung (wie z.B. die Euroanalysis 12 zeigte, s.S. 347 – 349), und die CLB wird weiterhin ein Beitragsbuquet anbieten, dass bei den Schwerpunkten Analytik und Biotechnik den Blick auf des weitere Umfeld der molekularen Wissenschaften ermöglicht, auch durch ausbildungsorientierte Themen. In diesem CLB-Memory gehören dazu Informationen über „Weichmacher“ und „Chitin aus Krabben“, dem 2. Teil unserer Reihe über nachwachsende Rohstoffe.

Schon das Titelbild weist auf ein ungewohntes Feld der Analytik hin, der Paläopathologie. Der langjährige CLB-Autor Hans-Dietrich Martin schrieb auf den Seiten 342 – 346 auf, was Knochenfunde erzählen, wenn ein Experte wie Prof. Michael Schultz sie „fragt“.

Nicht nur Münzen haben mit Zersetzungsproblemen zu kämpfen, sondern auch Papier (s. S. 352 – 353: „Von Schimmel, Tintenfraß und Papierspaltereien“). Dabei kann Papier auch als Baumaterial dienen: Dass mit Papier in der Vergangenheit Fürsten beim Bau von Schlössern sparten, zeigt der Artikel von CLB-Herausgeber Prof. Georg Schwedt und Mirko Ocvirk auf den Seiten 336 bis 339.

Zurück zur Analytik: Eine kostengünstige Alternative zu wellenlängendispersiven RFA beschreiben Prof. Anton Janßen und Dr. Jörg Flock. Auf den Seiten 328 bis 335 erläutern sie die Grundlagen der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometrie. In einem zweiten Teil zu diesem Thema werden sie auf die analytischen Möglichkeiten dieser Technik eingehen. Vielleicht helfen diese Aufsätze ja beim Entwurf neuer Münzen...

Ihr

INHALT

Aufsätze

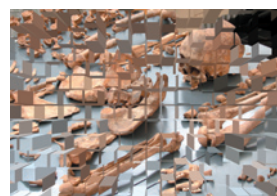
Die kostengünstige Form der RFA: Energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektrometrie (Teil 1) _____	328
Papiermaché Ein historischer Verbundwerkstoff und die Herzogliche Kartonfabrik Ludwigslust _____	336

Rubriken

Editorial _____	321
Impressum _____	323
F & E im Bild _____	323
Unternehmen _____	324
Personalia _____	326
Förderungen/Preise _____	327
Stellenangebote _____	339

Umschau

Mikroreaktionstechnik gewinnt an Fahrt Umsatz für „Labortisch-Fabriken“ 35 Mio. Euro _____	340
Labors für spezielle Aufgaben 18 Was Knochenfunde erzählen – Paläopathologie erforscht Krankheit und Todesursache _____	342
12. Euroanalysis in Dortmund Mikromethoden im Vordergrund _____	347
50 Jahre Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie (ISAS) Jubiläumsveranstaltung auf der Euroanalysis XII _____	348
Wirtschaft _____	350
Forschung und Technik _____	352
Literatur _____	354
Service _____	355
Neue Produkte _____	356
Bezugsquellenverzeichnis _____	359



Zum Titelbild:

Teile eines karolingischen Skelettes werden im Knochenlabor untersucht. Das Bild symbolisiert das Zusammentragen vieler Informationsbausteine zu einer Geschichte des Skelettes (Ursprungsfoto: Martin; siehe Artikel ab Seite 342).

CLB-Memory

Die weiche Revolution Keine Kunststoffe ohne Weichmacher _____	M65
Notfallchemie Irrtümlich hochexplosives Nitroglycerin hergestellt _____	M68
Nachwachsende Rohstoffe: Schalentiere Chitin aus der Krabbe _____	M70
Fragen zu Grundlagen der Chemie _____	M71
Biotechnologie-Branche fordert Erweiterung der Ausbildungsinhalte Chemilaboranten mit Genetikkenntnissen _____	M72

Raffinierte Silicon-Kristalle Staubkorngroße Partikel als Chemikaliendetektor

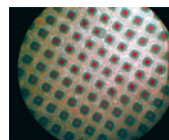
Um auf einen Angriff mit biologischen oder chemischen Waffen erfolgreich reagieren zu können, muss man die schädigende Substanz schnellstmöglich detektieren. Zu diesem Zweck entwickelten jetzt kalifornische Wissenschaftler staubkorngroße Silicon-Partikel. Diese reagieren mit gefährlichen Erregern oder Chemikalien und senden eine leicht zu messende Strahlung aus. So können möglicherweise in Zukunft Gefahrstoffe auch noch aus einiger Entfernung festgestellt werden.

Frédérique Cuni und seine Kollegen von der University of California, San Diego, (UCSD) modifizierten ein bekanntes Verfahren zur Chip-Herstellung und erhielten so den „Smart Dust“.

Das Team brachte zunächst einen nanometerdicken Film, der mit spezifizierten Chemikalien reagiert, auf Silicon-Wafern auf und zerbrach diese dann in mikrometergroße Stücke. Da unterschiedliche Partikelbeschichtungen zu verschiedenen Reaktionen führen können, wird nach geschicktem Mischen der entstandenen Teilchen eine Vielzahl von Chemikalien zur gleichen Zeit nachgewiesen. Die Partikel werden in gefährdete Gebiete gebracht und emittieren bei Anwesenheit eines sensibilisierenden Stoffes jeweils Strahlung einer bestimmten Wellenlänge. Bisher können Substanzen in einem Abstand von etwa 20 Metern nachgewiesen werden. Als Ziel haben sich die Forscher eine Entfernung von mindestens einem Kilometer gesetzt. *MB*



Die Silicon-Partikel „Smart Dust“ (oben und rechts) können auf viele Substanzen reagieren. Silicon-Wafer (unten) werden nach Beschichten zu „Smart Dust“ gemahlen (Fotos: UCSD).



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, Diekholzen; Prof.

Dr. Erika Krakovská, Kosice; Hans Diet-

rich Martin, Köln; Dr. Ognian Serafimov,

Konstanz; Jürgen Wagner, Weinheim;

Hans-G. Winkler, Meyenfeld; Dr. Röbb-

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 – 6,90

Euro, im Abonnement jährlich 70,50 Euro

zuzüglich Versandkosten; ermäßigter

Preis für Schüler, Studenten und Auszu-

bildende (nur gegen Vorlage der Beschei-

nigung) jährlich 57,00 Euro zuzüglich

Versandkosten, inkl. 7% MWSt. Ausland

auf Anfrage. Bezug durch den Buchhan-

del und den Verlag. Das Abonnement

verlängert sich jeweils um ein weiteres

Jahr, falls nicht 8 Wochen vor Ende des

Bezugsjahres Kündigung erfolgt.

Erfüllungsort ist Heidelberg. Mitglieder

des VDC sowie des VBTA erhalten CLB

zu Sonderkonditionen.

Anzeigenpreislste:

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

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

ISSN 0943-6677



NACHRICHTEN & NOTIZEN

Ende 2001 erwarb die BWT Best Water Technology Gruppe mehr als 99 Prozent der Aktien der Christ AG. Die daraus resultierende strategischen Neupositionierung von Christ als Christ Water Technology Group (CWT) ist jetzt abgeschlossen. Die CWT-Gruppe bietet Anlagen und Beratung für die Rein- und Reinstwasser- sowie die Trink- und Abwasser- aufbereitung.

Die Analytik Jena AG, Anbieter analytischer und bioanalytischer Messsysteme sowie komplexer Laborprojekte, hat in den ersten neun Monaten des Geschäftsjahres 2001/2002 den Umsatz gegenüber dem entsprechenden Vorjahreszeitraum mit 50,39 Millionen Euro (Vorjahr: 23,44 Millionen Euro) mehr als verdoppelt.

Die Wacker-Chemie GmbH schneidet trotz Umsatzrückgang im Halbjahresergebnis 2002 besser ab als im Vorjahr. Der Konzernumsatz liegt mit 1,4 Milliarden Euro rund 10 Prozent unter dem hohen Vorjahreswert.

Sigma-Aldrich hat den Verkauf der Abteilung „Koagulationsprodukte“ an Trinity Biotech plc. erfolgreich abgeschlossen. Auch die Produktionsstätte in Lemgo war Teil des Geschäftes.

Die Schering AG, Berlin, baut in einem Projekt zur Suche neuer Targets für die Arzneimittelforschung ihre bereits seit drei Jahren bestehende Kooperation mit dem Naturwissenschaftlichen und Medizinischen Institut an der Universität Tübingen (NMI) aus.

Die neue Produktionsanlage für die Aventis Pharma Deutschland GmbH hat die Business Unit Pharma der Siemens Axiva innerhalb von 12 Monaten projektiert und in einen bestehenden Produktionsbetrieb im Industriepark Höchst integriert.

BASF und Dow Chemical Company wollen gemeinsam eine Technologie zur Herstellung von Propylenoxid (PO) auf der Basis von Wasserstoffperoxid als wesentlichem Rohmaterial entwickeln. Die von Dow verwendete H_2O_2 -PO-Technologie wurde beim Erwerb des Polyurethan-Geschäfts von Enichem im Jahre 2001 übernommen. Enichem war Vorreiter bei H_2O_2 -Prozessen und hält zahlreiche Patente, die bis in die frühen 1980er Jahre zurückreichen. Die BASF entwickelt ihre H_2O_2 -PO-Technologie seit 1995 und befindet sich jetzt in der Abschlussphase.

Die Bakelite AG hat eine deutschlandweite Vertriebspartnerschaft für Duroplastische Formmassen mit der Ter Hell Plastic GmbH (Herne) vereinbart.

Die Werner Rietschle GmbH + Co. KG und Thomas Industries Inc. – zwei der führenden Hersteller von Vakuumpumpen und Verdichtern – vereinbarten vertraglich die beiden Unternehmen zu einer internationalen Einheit mit sich ergänzendem Produkt-Portfolio und erweiterten Fertigungs- und Vertriebskapazität zu verbinden.

Sartorius Konzern wächst im 1. Halbjahr 2002 Biotechnologiesparte erfreulich

Der Umsatz des Sartorius Konzerns stieg im 1. Halbjahr 2002 nach IAS gegenüber dem vergleichbaren Vorjahreszeitraum (218,9 Millionen Euro) um 6,3 Prozent auf 232,6 Millionen Euro. Dabei resultierten die entscheidenden Wachstumsimpulse erneut aus der erfreulichen Geschäftsentwicklung in der Sparte Biotechnologie.

Hier konnte durch die steigende Nachfrage in den Geschäftsreichen Bioprocess und Food & Beverage das neue „Werk 2001“ plangemäß weiter zunehmend ausgelastet werden; ferner hat sich das Fermenter-Geschäft der Tochtergesellschaft BBI wie in den Vorquartalen erneut sehr positiv entwickelt. In Summe konnte so der Umsatz in der Sparte Biotechnologie um 19,0 Prozent gegenüber dem Vorjahreshalbjahr

gesteigert werden, während die Mechatronik konjunkturbedingt 5,2 Prozent Umsatzeinbuße hinnehmen musste. Auf die andauernde weltweite konjunkturelle Schwäche in den Märkten der Sparte Mechatronik wurde umfassend durch Anpassung und Flexibilisierung der Produktionskapazitäten und durch erhebliche Restrukturierungen im Bereich der Industrie-Mechatronik reagiert, wodurch ab dem 3. Quartal mit signifikanten Kostensenkungen zu rechnen ist.

Die unter Wachstums- und Liquiditätsaspekten aus Sicht von Sartorius wichtigste Kennziffer der operativen Ertragskraft, das Ergebnis vor Zinsen, Steuern und Abschreibungen (EBITDA), lag bereinigt im ersten Halbjahr mit 16,3 Millionen Euro nicht ganz auf Vorjahresniveau (18,8 Millionen Euro).

75 Jahre Leopold Siegrist

Mit führend bei Gaswarngeräten

Einen für Umweltschutzgeräte-Hersteller ungewöhnlich hohen Geburtstag – 75 Jahre – feiert dieses Jahr die Leopold Siegrist GmbH.

Das in Karlsruhe ansässige Unternehmen hat sich ganz auf Entwicklung und Vertrieb von Messgeräten spezialisiert. Ursprünglich ein reines Handelsunternehmen im gastronomischen Bereich, wollte Hermann Siegrist, der Sohn des Gründers, auch etwas für die Reinhaltung der Luft tun. So begann er, Luftfiltersysteme für die Gastronomie zu entwickeln, als das Wort Umweltschutz noch völlig neu war. Aus dem Handelsunternehmen wurde so ein umweltbewußter Produktionsbetrieb für die Überwachung von Imm- und Emissionen.

Heute hat sich die Leopold Siegrist GmbH zu einem der wohl füh-

renden Anbieter für Gasmess- und Gaswarngeräte entwickelt. Mit dem „Meccos“-Gerätesystem, das auf neueste Sensortechnik aufbaut, ist eine breite Palette von Messaufgaben in der Luft und im Wasser zu lösen. Neben solchen Eigenentwicklungen hat Siegrist auch die Vertretung führender amerikanischer Hersteller übernommen und bietet so das komplette Spektrum von Gaswarngeräten. Entwickelt werden aber auch kundenspezifische Geräte, die je nach Wunsch unter dem eigenen Label oder dem des Kunden vertrieben werden.

Michael und Alexandra Siegrist haben heute bereits in dritter Generation die Führung des expandierenden Unternehmens übernommen. Dem Gedanke des Umweltschutzes wollen sie auch in Zukunft treu bleiben.



Nürnberg, Germany 8. – 10.10.

TechnoPharm 2002

Internationale Fachmesse für Entwicklung, Herstellung und Analytik
pharmazeutischer, kosmetischer, diätetischer und Health Food Produkte

The Power of Three

**Special event:
Nano goes
POWTECH**



POWTECH 2002


23. Internationale Fachmesse für
Mechanische Verfahrenstechnik
und Analytik

www.powtech.de

Veranstalter

NürnbergMesse GmbH
Messezentrum
D-90471 Nürnberg
Tel +49(0)9 11 . 8606-49 44
Fax +49(0)9 11 . 8606-49 45
info@nuernbergmesse.de
www.nuernbergmesse.de
www.technopharm.de

Ideeller Träger

 APV Arbeitsgemeinschaft
für pharmazeutische
Verfahrenstechnik e. V.
Kurfürstenstraße 59
D-55118 Mainz

NÜRNBERG MESSE



BAKELITE AG Neuer Leiter des Geschäftsbereiches Phenolharze wird **Dr. Peter Adolphs**. Für den Vertrieb im Bereich Phenolharze zeichnet künftig **Dr. Arno Knebelkamp** verantwortlich.

BAM Neuer Präsident der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) ist **Prof. Dr. Manfred Hennecke**. Der bisherige Präsident **Prof. Dr. Dr. Czichos** scheidet mit Erreichen der Altersgrenze aus der BAM aus.

BASF Der Fachmann für Elektrochemie **Dr. Hermann Pütter** (57) ist neuer Wissenschaftlicher Direktor in Ludwigshafen. Die Ingenieurin für Nachrichtentechnik **Eva Kraut**, Vorsitzende des Betriebsrats der BASF IT Services GmbH, Ludwigshafen, ist als Nachfolgerin von **Ellen Schneider** zum neuen Mitglied des Aufsichtsrates der BASF AG bestellt worden.

BBA Nach einem Jahr ohne Präsident ist **Dr. Georg F. Backhaus**, der Leiter des BBA-Instituts für Pflanzenschutz im Gartenbau in Braunschweig, neuer Leiter der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft (BBA).

DECHEMA Die Naturstoff-Chemikerin **Prof. Dr. Susanne Grabley** (51) ist zur neuen Vorsitzenden der Fachsektion Biotechnologie der Dechema (Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V.) gewählt worden.

DU PONT **Terry Caloghiris** (51) ist der neue Vice President und General Manager von Du Pont Engineering Polymers. Er folgt in dieser Position **Craig Naylor**, der zum Group Vice President von Du Pont Performance Materials avanciert.

FHG **Dr. Alfred Gossner** ist neuer Finanzvorstand der Fraunhofer-Gesellschaft (FhG). Er tritt damit die Nachfolge von **Dr. Hans-Ulrich Wiese** an, der nach 24 Jahren Vorstandstätigkeit in den Ruhestand geht.



Voit



Hennecke



Pütter



Backhaus



Caloghiris

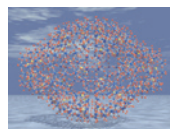


Gossner

GWL Neue Direktorin des Instituts für Polymerforschung Dresden e. V. (IPF), einem Institut der Wissenschaftsgemeinschaft G. W. Leibniz (GWL), ist Frau **Prof. Dr. Brigitte Voit**.

EHRUNGEN

Auf der 35. Veranstaltung der internationalen Tagungsreihe „International Conferences on Coordination Chemistry“ erhielt der Bielefelder Chemiker **Prof. Dr. Dr. Achim Müller** den international renommierten **Sir-Geoffrey-Wilkinson-Preis**. Müller ist erst kürzlich mit dem „Nano-Igel“ die Synthese eines Clusters gelungen, der 368 Molybdän-Atome, insgesamt aber fast zweitausend Atome enthält (siehe CLB, 5/2002, Seite 192). Der Preis wurde 1989 von Elsevier Science gestiftet und gilt als die höchste Auszeichnung für Anorganiker.



Der **Preis für Innovation in der Forschung zur Trocknungstechnik** (Award for Innovation in Drying Research) der Firma Hosokawa-Micron, Osaka/Japan wurde **Evangolos Tsotsas** (links im Bild), Professor für Thermische Verfahrenstechnik an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg in Würdigung seiner herausragenden Forschungsleistungen verliehen. Der Magdeburger Wissenschaftler entwickelte innovative Technologien auf dem Gebiet der Trocknung. Die feierliche Übergabe fand kürzlich in Beijing, China, im Rahmen des 13. Internationalen Trocknungssymposiums (13th International Drying Symposium) statt. Ein hochrangig besetztes Expertengremium aus der ganzen Welt entscheidet über die alle zwei Jahre stattfindende Verleihung des Preises.



Für seine Dissertation im Fach Biochemie wurde **Dr. Stefan Lorkowski**, wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Arterioskleroseforschung an der Universität



Münster mit einem internationalen Preis für junge Chemiker ausgezeichnet. Vergeben wurde der mit 1000 US-Dollar dotierte **IUPAC Prize for Young Chemists** von der International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). Die international renommierte Organisation zeichnet damit die weltweit besten Dissertationen im Fach Chemie aus. Stefan Lorkowski ist einer von weltweit vier jungen Chemikern, die von der IUPAC für ihre exzellenten Doktorarbeiten ausgezeichnet wurden. Die Mit-Preisträger kommen aus den USA, den Niederlanden und aus Indien.

Diplombiologe **Christian Epp**, Doktorand in der Arbeitsgruppe von Prof. Hermann Bujard am Zentrum für Molekulare Biologie der Universität Heidelberg, wurde in Paris mit dem ersten Preis des European Workshop „**From Gene To Functional Protein**“ ausgezeichnet. Er ist mit 3000 Euro dotiert. Das Symposium, veranstaltet von der Firma Amersham Bioscience und dem Wissenschaftsverlag Elsevier, befasste sich mit verschiedenen Aspekten der gentechnischen Herstellung von Proteinen und stellte zugleich das Finale eines internationalen Wettbewerbs für junge Wissenschaftler dar.

Stefan Rothenburg (32), Doktorand der Medizin am Universitätsklinikum Hamburg-Eppendorf (UKE), erhält das mit 6200 Euro dotierte **Graduierten-Stipendium der Novartis-Stiftung für therapeutische Forschung**. Die Auszeichnung wird ihm für Arbeiten verliehen, die er im Rahmen seiner Doktorarbeit am Institut für Immunologie am UKE durchgeführt hatte. Der Preisträger hat sich mit bestimmten Eiweißen in der Umgebung von Tumoren befasst.

Essen bewerten helfen Geträumt. Gedacht. Gemacht.

Florence Charles, 25-jährige Doktorandin an der Universität Montpellier II., hat den mit 10 000 Euro dotierten Innovationspreis 2002 des Cofresco Institutes erhalten. Ausgezeichnet wurde ihr innovatives Konzept, Obst und Gemüse im Haushalt durch ein Verpacken in Folien-Beutel mit modifizierter Atmosphäre länger haltbar zu machen. Beim ersten europäischen Forschungs-Wettbewerb des Institutes suchte man „neue Anwendungen oder Vorrichtungen für den Haushalt, die optimale Sicherheit und optimale Konservierung für Lebensmittel garantieren“. Gefragt bei dem Wettbewerb um den Innovationspreis 2003 sind „verbraucherorientierte Lösungen, die den Umgang mit Lebensmitteln im Haushalt für eine gesunde Ernährung aktiv unterstützen“. Einsendeschluss ist der **31. März 2003**. Vergeben werden maximal zwei mit je 10 000 Euro dotierte Innovationspreise (www.cofrescoinstitute.com).



Unter diesem Motto steht der Wettbewerb Jugend forscht 2003. Alle Jugendlichen bis 21 Jahre können sich ab sofort für die 38. Runde des Nachwuchswettbewerbs in Naturwissenschaften, Mathematik und Technik anmelden. Am Anfang einer jeden großen Entdeckung oder Entwicklung steht ein Traum, eine Vision, eine Idee. Damit Träume Wirklichkeit werden, gilt es, Grenzen im Kopf aufzuheben und seiner Fantasie freien Lauf zu lassen. Wer mit Kreativität und Begeisterung seine Ideen umsetzt, kann etwas erreichen und ist auf dem Weg zum Erfolg. Jugend forscht ruft deshalb den wissenschaftlichen Nachwuchs auf, sich an das Neue zu wagen und das Unbekannte zu erforschen. Das Höchstalter ist 21 Jahre. Anmeldeschluss für die neue Runde ist der **30. November 2002**. Zum Wettbewerb sind sowohl Einzels als auch Teamarbeiten mit maximal drei Teilnehmern zugelassen. Infos und Online-Anmeldung unter www.jugend-forscht.de.



Hochschulwettbewerb

Der Wettbewerb um den Titel best practice-Hochschule 2003 ist gestartet. Alle Hochschulen, die Mitglied der Hochschulrektorenkonferenz (HRK) sind, können sich bewerben. Ausgezeichnet werden eine Fachhochschule und eine Universität, die ihre Organisation durch vorbildliche Reformen handlungsfähiger gemacht und sich für den nationalen wie internationalen Wettbewerb besser aufgestellt haben. „Nicht die Summe der Reformen ist entscheidend, sondern dass ein innovatives sowie konsistentes Gesamtkonzept erkennbar ist“, erläutert Detlef Müller-Böling, Geschäftsführer des Centrum für Hochschulentwicklung (CHE), das den Titel vergibt. Einsendeschluss für Bewerbungen ist der **15. November 2002**.

Ausschreibung der GDCh – Preise und Auszeichnungen im Jahre 2003

Der Vorstand der Gesellschaft Deutscher Chemiker wird im Jahre 2003 die folgenden Preise und Auszeichnungen vergeben:

August-Wilhelm-von-Hofmann-Denkünze wird an ausländische Chemiker beziehungsweise deutsche Wissenschaftler verliehen, die nicht Chemiker sind, sich aber um die Chemie besondere Verdienste erworben haben.

Adolf-von-Baeyer-Denkünze wird an deutsche Chemiker verliehen, die in jüngster Zeit hervorragende Arbeiten auf dem Gebiet der organischen Chemie veröffentlicht haben.

Carl-Duisberg-Gedächtnispreis dient der Förderung des akademischen Nachwuchses.

Joseph-König-Gedenkünze wird an in- und ausländische Persönlichkeiten verliehen, die sich besondere Verdienste um die wissenschaftliche Entwicklung und um die Förderung und Anerkennung der Lebensmittelchemie erworben haben.

Wilhelm-Klemm-Preis wird an in- und ausländische Wissenschaftler verliehen, die sich durch hervorragende Arbeiten auf dem Ge-

biet der anorganischen Chemie besondere Verdienste erworben haben.

Hermann-Staudinger-Preis wird an in- und ausländische Wissenschaftler verliehen, die sich besondere Verdienste auf dem Gebiet der Makromolekularen Chemie erworben haben.

Preis der GDCh für Journalisten und/oder Schriftsteller wird an Journalisten/Schriftsteller verliehen, denen es gelungen ist, die Chemie der Öffentlichkeit in informativer, verständlicher Weise näher zu bringen.

Arfvedson-Schlenk-Preis wird an in- und ausländische Wissenschaftler für herausragende Arbeiten auf dem Gebiet der Lithiumchemie verliehen. Die Finanzierung übernimmt die Chemetall GmbH Frankfurt/Main.

Horst-Pracejus-Preis würdigt herausragende Arbeiten auf dem Gebiet der Enantioselektivität bzw. Chiralität.

Alle GDCh-Mitglieder sind vorschlagsberechtigt; Eigenbewerbungen sind nicht möglich. Senden Sie bitte Ihre Vorschläge bis zum **15. Oktober 2002** an die GDCh.

Die kostengünstige Form der RFA:

Energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektrometrie (Teil 1)

Anton Janßen, Steinfurt
Jörg Flock, Dortmund

Mit der erfolgreichen Entwicklung leistungsfähiger Halbleiter-Detektoren und preiswerter Hochleistungsrechner ist die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektrometrie zu einer echten Alternative zur wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometrie geworden, die sich seit einigen Jahren in den Laboratorien der Grundstoffindustrien im Bereich der kontinuierlichen Produktionsüberwachung für die Analyse metallischer und oxidischer Materialien und darüber hinaus als vielfältig einsetzbare Methode in der industriellen Analytik bewährt hat. Dabei können sowohl feste als auch flüssige Proben zerstörungsfrei untersucht werden, wobei der dynamische Messbereich, in Abhängigkeit von den jeweiligen Applikationen, von niedrigen Spuren-Gehalten bis zu hohen Prozentgehalten bei der Bestimmung der Hauptkomponenten reicht.

Die Bestandteile einer Probe können unabhängig von der Bindungsart und Probenmorphologie durch Wechselwirkung mit Elektronen entsprechend hoher kinetischer Energie (Kathodenstrahlen) oder mit ausreichend energiereicher elektromagnetischer Strahlung, zum Beispiel von einem Radionuklid oder einer Röntgenröhre, zur Emission ihrer charakteristischen Röntgenstrahlung angeregt werden. Dabei wird zunächst ein Elektron aus einem voll besetzten Orbital, zum Beispiel der K- oder L-Schale entfernt, zum Beispiel der K- oder L-Schale entfernt. Das entstandene „Loch“ wird durch Übergang eines Elektrons aus einem energetisch höheren Orbital wieder aufgefüllt (Abbildung 1). Die Energiedifferenz zwischen beiden Orbitalen wird als charakteristische, elektromagnetische Strahlung im Röntgenbereich abgegeben, wobei die Wellenzahl beziehungsweise der Kehrwert der Wellenlänge, der von einem Element emittierten Strahlung bestimmt wird durch die Beziehung

$$\frac{1}{\lambda} = Ry \cdot (Z - a)^2 \cdot \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)$$

Die Autoren:

Nach dem Chemiestudium in Hannover und Zürich erstellte **Prof. Dr. Anton Janßen** seine Dissertation bei Prof. Dr. W. Umland in Münster. Seit 1970 ist er an der Fachhochschule Münster für den Studienschwerpunkt Instrumentelle Analytik zuständig.

Dr. Jörg Flock studierte Chemie in Duisburg. Seit seiner Promotion 1986 ist er in den chemischen Laboratorien der Thyssen Krupp Stahl AG als Bereichsleiter für die anorganische Analytik von Roh-, Einsatz- und Werkstoffen beschäftigt.

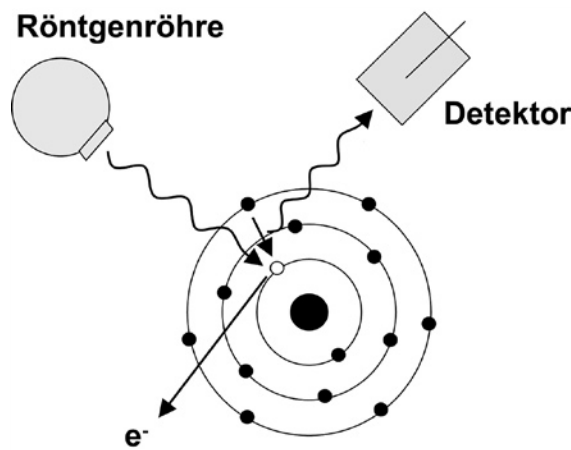


Abbildung 1: Entstehung charakteristischer Röntgenstrahlung bei der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse

Hierin bedeutet n_1 die Hauptquantenzahl des Elektronenzustandes, aus dem primär ein Elektron herausgeschlagen wurde (für die K-Strahlung: $n_1 = 1$ und so weiter), und n_2 die Hauptquantenzahl des Zustandes, von dem aus ein Elektron die primär gebildete Lücke wieder auffüllt; a ist die Abschirmungskonstante, sie hat für die K-Serie den Wert 1 und für die L-Serie den Wert 7,4. Ry ist die Rydberg-Konstante und Z die Ordnungszahl. Die von einer Probe emittierte Strahlung ist also bezüglich der Wellenlängenverteilung charakteristisch für die in der Probe enthaltenen Atomarten (qualitative Analyse), und zwar unabhängig – mit wenigen Ausnahmen bei den Elementen mit kleiner Ordnungszahl – vom Bindungszustand. Und die Intensität der von einer Probe bei einer bestimmten Wellenlänge emittierten Röntgenstrahlung ist proportional der Menge der gleichzeitig zur Emission dieser Röntgenstrahlung angeregten Atome, so dass durch Intensitätsmessungen nach entsprechender Kalibrierung die quantitative Analyse der Probe ermöglicht wird.

Zwischen der Energie und der Wellenlänge der ihr äquivalenten Strahlung gilt die Planck-Einstein'sche Beziehung:

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

wobei E die Energie in Elektronenvolt, h das Planck'sche Wirkungsquantum, ν die Frequenz, c die Lichtgeschwindigkeit und λ die Wellenlänge bedeuten.





Radionuklid	Halbwertszeit [a]	Energie der emittierten Strahlung [keV]	Anregbarer Elementbereich	Typische Aktivität [mC]
⁵⁵ Fe	2,6	5,9	KLinien Al - Ti	10 - 100
¹⁰⁹ Cd	1,3	22,2	KLinien Cr – Mo LLinien Ta - U	1 - 10
²⁴¹ Am	458	59,5	KLinien Cu – Ba LLinien La - U	1 - 20
²⁴⁴ Cm	17,8	18,0	KLinien Ti – Sr LLinien Ta - Pb	3 - 60

Tabelle 1: In der energiedispersiven RFA als Anregungsquellen genutzte Radionuklide

Wellenlängendispersive RFA-Geräte zerlegen die Strahlung in die einzelnen Wellenlängen beziehungsweise Energiequanten durch Beugung an den Netzebenen von Kristallen entsprechend

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta$$

(mechanische Spektrometer), wozu es nötig ist, durch Kollimatoren für Parallelität der Strahlen zu sorgen. Diese Dispersion kann sequentiell oder simultan erfolgen. Energiedispersive RFA-Geräte nutzen Detektoren, die die Röntgenquanten entsprechend ihrer Energie in proportionale Spannungsimpulse umwandeln und diese in Vielkanalanalysatoren zum Spektrum aufbereiten (elektronische Spektrometer). Dabei wird das gesamte von der Probe emittierte Spektrum aufgenommen, weshalb man Simultananalysen erhält.

Die Anregung der für die Analyse nutzbaren charakteristischen Röntgenstrahlung durch Elektronen entsprechender kinetischer Energie ist nur im Hochvakuum möglich und wird wegen ihres gerätetechnisch großen Aufwandes nur in Raster-Elektronenmikroskopen durchgeführt, die hier nicht besprochen werden sollen. Viel einfacher ist es, die Anregung der Probe zur Strahlungsemission durch Gamma-Strahlung eines Radionuklids oder durch die in einer Röntgenröhre erzeugte Röntgenstrahlung vorzunehmen. Da die entsprechende signalverarbeitende Elektronik – Verstärker, Analog-Digital-Wandler, Vielkanal-Analysator – und die für die Gerätesteuerung und vor allem Signalverarbeitung und -auswertung genutzten Mikroprozessoren und Kleinrechner inzwischen mit hoher Leistungsfähigkeit zur Verfügung stehen, sind Unterschiede zwischen den einzelnen Geräten im Wesentlichen nur noch in der Art der Anregung und der Detektion der Fluoreszenzstrahlung zu sehen (Abbildung 2).

Die Anregung der Proben zur Emission der charakteristischen Fluoreszenzstrahlung erfolgt durch elektromagnetische Strahlung, die energiereicher ist als die anzuregende. Dabei wird besonders hohe Fluoreszenzintensität erhalten, wenn sich die anregende Strahlung auf der energiereicheren Seite der Absorptionskante möglichst dicht an dieser Kante befindet. Als Strahlungsquellen werden zum einen Radionuklide unterschiedlicher Strahlungsenergie verwendet,

welche ausschließlich in kleinen, teilweise mobilen, Systemen eingesetzt werden; zum anderen werden für die kleinen, stationären sowie für die größeren Systeme Röntgenröhren mit variabler Hochspannung und wählbarem Emissionsstrom benutzt.

Radioisotopenquellen

Vor allem im Bergbau und in der Prospektion entstand die Forderung nach kleinen, mobilen RFA-Geräten; gleichzeitig sollte die Anregungsquelle eine geringe Störanfälligkeit aufweisen. Beide Forderungen werden durch den Einsatz von Radionukliden erfüllt. Für den Einsatzort im Labor ist die Verwendung von Radionukliden nicht mehr Stand der Technik, da ausreichend leistungsfähige Röntgenröhren entwickelt wurden und der Betrieb von Radionukliden sehr strengen Vorschriften unterliegt, zudem die Entsorgung verbrauchter Quellen aufwändig und teuer ist. Nur bei speziellen Anwendungen, vor allem dort wo hohe Anregungsenergien benötigt werden, kommen heute noch Nuklide zum Einsatz. Aber es ist abzusehen, dass auch für diese Anwendungen bald geeignete kleine Hochspannungsversorgungen und Röntgenröhren erhältlich sein werden. Hauptsächlich werden vier verschiedene Radionuklide in den kleinen EDRFA-Geräten eingesetzt, wobei die Auswahl des zu verwendenden Nuklids von den zu bestimmenden Elementen, speziell der Energie deren Absorptionskanten, abhängt. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Nuklide und ihre Einsatzbereiche.

Neben der gewünschten Anregungsenergie sind auch finanzielle Gesichtspunkte bei der Wahl der Quelle zu berücksichtigen. Für die ⁵⁵Fe Quelle,

Abbildung 2: Struktur eines energie-dispersiven Röntgen-fluoreszenz-Spektrometers

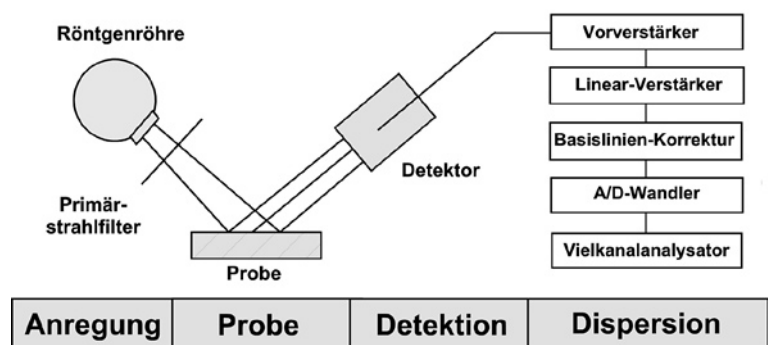


Tabelle 2:
Kapillaren zur
Fokussierung von
Röntgenstrahlen

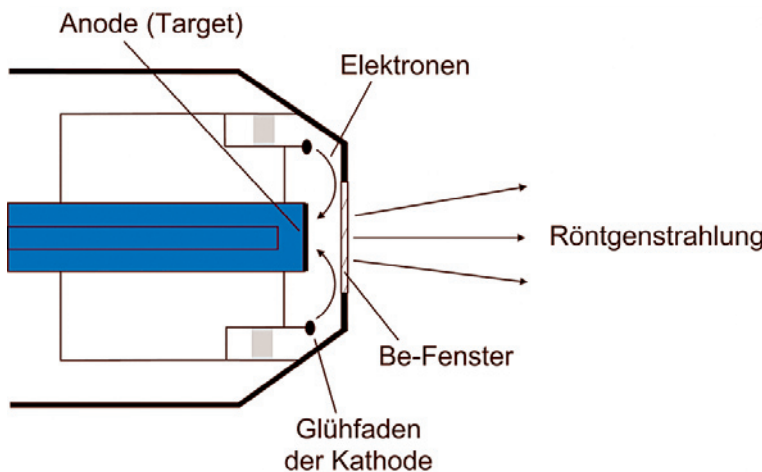
Monokapillaren	Reflexionen	Divergenz	angeregte Fläche (Durchmesser)	Arbeitsabstand
Zylindrisch	viele	klein	100 µm - 300 µm	ca. 10 mm
Konisch	viele	hoch	10 µm im Spot	0.5 mm - 2 mm
Elliptisch	wenige	hoch	1 µm - 30 µm	0.5 mm - 2 mm
Polykapillaren	viele	mittel	50 µm - 100 µm	> 10 mm

zur Anregung der leichten Elemente, gibt es leider keine Alternative. Bei Wahl eines Radionuklids für die schweren Elemente ist dessen Halbwertszeit zu beachten. So weist die ¹⁰⁹Cd-Quelle eine kurze Halbwertszeit von 1,3 Jahren auf und muss spätestens nach 2,5 Jahren ersetzt werden. Durch die längere Halbwertszeit von ²⁴⁴Cm oder ²⁴¹Am müsste während des Gerätelebens kein Quellenwechsel vorgenommen werden. Allerdings garantieren die Hersteller der gekapselten Quellen eine Dichtheit der Kapselung nur bis zu zehn Jahren, so dass danach auch diese Quellen ausgetauscht werden müssen.

Röntgenröhren

In den in Laboratorien eingesetzten stationären EDRFA Systemen werden ausschließlich Röntgenröhren zur Strahlungsanregung verwendet. Und da bei der EDRFA stets das gesamte Spektrum detektiert wird und zudem die dabei mögliche Impulsrate auch wesentlich niedriger ist als in der WDRFA, haben diese Röhren fast immer auch eine viele geringere Leistung. In kleinen Tischgeräte werden luftgekühlte Röhren eingesetzt, die mit einer Leistung von circa 2 - 7 W arbeiten; für größere Laborsysteme sind Ausgangsleistungen von 50 mW bis 50 W, selten bis 200 W üblich. Nur die leistungsstärksten Röhren haben dann einen integrierten Kühlkreislauf mit Öl-Luft-Wärmetauscher. Die aus den WDRFA Systemen bekannten wassergekühlten Hochleistungsröhren, mit bis zu 3 kW Leistung, kommen nur selten vor (Abbildung 3).

Abbildung 3:
Bauprinzip einer
Stirnfensteröhre



Als Anodenmaterial wird weit verbreitet Rhodium verwendet, da es kaum Linien-Überlappungen mit anderen Elementen aufweist. Es werden aber auch Chrom-, Titan-, Kupfer-, Molybdän-, Silber- und Wolframanoden eingesetzt. Seltener sind Zirkon-, Platin-, Palladium- und Goldanoden. Da wegen der schlechteren Auflösung des Detektionssystems oft mit Primärstrahlfilter gearbeitet werden muss, beeinflusst die zu lösende Aufgabenstellung die Wahl des Anodenmaterials.

Wie bei den WDRFA-Geräten sind Röhrenspannung und -stromstärke einstellbar, in der Regel ist die Spannung im Bereich 4 bis 50 kV, und der Stromstärke zwischen 0 und 1000 µA wählbar, die optimalen Werte ergeben sich aus dem Anregungsintegral (1). Aus Kostengründen werden die Systeme oft jedoch nur mit einer Hochspannungsversorgung von 30 kV in der Grundversion und als Option mit 40, 50 oder 60 kV angeboten. Für viele Anwendungen reichen 30 kV Röhrenspannung völlig aus. Die Röhren sind entweder nach der Seitenfenster- oder nach dem Stirnfenster-Prinzip aufgebaut.

Fokussierung von Röntgenstrahlen

Die Untersuchung kleiner Probenbereiche mit einer lateralen Auflösung ist möglich (µ-RFA), wenn der anregende Röntgenstrahl nur einen kleinen Durchmesser hat, denn dann wird auf der Probe nur dieser Bereich zur Fluoreszenz angeregt. Die Erzeugung eines derartigen Röntgenstrahls kann zum einen erfolgen durch die Ausblendung eines engen Strahlbündels aus einem breiten Strahl, wodurch sich wegen des kleinen genutzten Strahlwinkels nur eine geringe Intensität der anregenden Strahlung ergibt. Zum anderen ist mit Kapillaroptiken eine Fokussierung des Strahles möglich, wobei die Totalreflektion der Röntgenstrahlung an der Innenwandung der Kapillaren ausgenutzt wird, so dass eine (fast) verlustfreie Weiterleitung der Röntgenstrahlung erfolgt (Abbildung 4). Röntgenstrahlung wird nämlich an Materialgrenzen verlustfrei totalreflektiert, wenn der kritische Winkel Θ_c für den gilt

$$\Theta_c \approx 2,04 \cdot 10^{-2} \frac{1}{E} \sqrt{\rho}$$

mit ρ = Materialdichte in g/cm² und E = Strahlungsenergie in keV, unterschritten wird. Strahlungen, die unter Winkeln $> \Theta_c$ einfallen, dringen in die

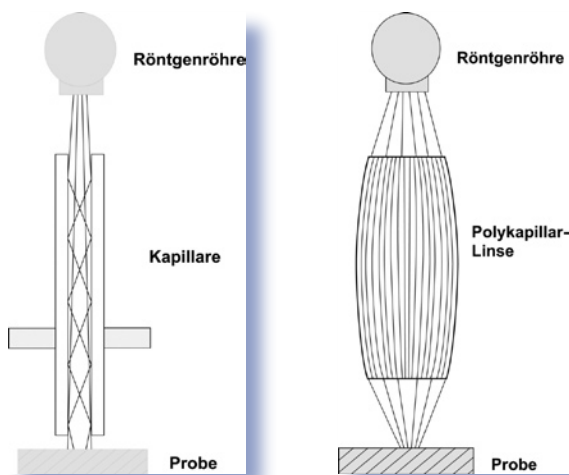


Abbildung 4: Fokussierung von Röntgenstrahlen mit Kapillaren (links) und Polykapillarlinsen (rechts)

Kapillarwand ein und werden absorbiert. Der kleine Kapillardurchmesser ermöglicht eine mehrfache Totalreflexion, wodurch die Strahlung nur mit der Divergenz des kritischen Winkels austritt. Durch die Kapillare kann also ein größerer Teil der von der Röhre emittierten Strahlung für die Anregung genutzt werden, wodurch sich gegenüber einem Blendensystem ein Intensitätsgewinn ergibt. Dieser kann durch die Verwendung von Kapillarlinsen (Polykapillaren) noch gesteigert werden (Tabelle 2).

Der so fokussierte Strahl kann dann zur Untersuchung von sehr kleinen Proben genutzt werden und bei inhomogenen Proben ermöglicht ein x-y-z-verstellbarer Probentisch mittels Linescan- oder Mapping-Auswertung eine Elementverteilungsanalyse.

Proportionalzähler

Die verwendeten Proportionaldetektoren bestehen aus einem hohlen Metallzylinder von circa 1,5 - 3 cm Durchmesser, der an beiden Enden verschlossen ist und durch dessen Achse ein etwa 100 μm dicker Zählrohr als Anode führt (Abbildung 5). Über einen Schutzwiderstand, der das Zählrohr bei größeren Entladungen vor der Zerstörung schützt, wird eine Hochspannung von 0,6 bis 2 kV angelegt. Das an beiden Enden verschlossene Rohr wird mit einem unter Normaldruck, gelegentlich auch bis zu einem Bar Überdruck, stehenden Gasgemisch aus Zähl- und Löschgas gefüllt. Die gebräuchlichsten Gasgemische bestehen aus Gemischen der Edelgase Neon, Argon, Krypton oder Xenon als Zählgas und niedermolekularen Kohlenwasserstoffen, zum Beispiel Methan, als Löschgas. Welches Gas eingesetzt wird, hängt von den nachzuweisenden Elementen ab. Für die leichten Elemente, $Z = 13$ bis 22, wird Neon als Zählgas verwendet, für die schweren Elemente, $Z > 22$, Argon oder Xenon, teilweise auch Krypton. Die zu messende Strahlung gelangt durch ein 5 bis 10 μm dickes Berylliumfenster in den Detektor.

Wird ein einfallendes Röntgenquant von einem Zählgasmolekül absorbiert, so erzeugt das dabei abgespaltene Photoelektron auf seinem Weg durch das Gas zur Anode n Ionenpaare, bis die ihm übertragene kinetische Energie E_0 verbraucht ist, wobei

$$n = E_0 / \epsilon$$

ist und ϵ die mittlere Ionisationsenergie zur Entfernung eines Elektrons aus der äußeren Elektronenschale ist, die vom gewählten Edelgas abhängig ist und zwischen 20 und 30 eV (Argon 26 eV) liegt. Durch die angelegte Hochspannung zwischen Anodendraht und Außenwand werden die Elektronen auf ihrem Weg zum Zählrohr so stark beschleunigt, dass ihre kinetische Energie ausreicht, um bei Zusammenstößen mit anderen Zählgasatomen diese zu ionisieren und damit weitere Elektronen freizusetzen. Dieser Lawineneffekt bildet aus den ursprünglich n Primärelektronen N Sekundärelektronen, wobei der Gasverstärkungsfaktor N/n in der Größenordnung 10^4 bis 10^5 liegt.

Die gesamte Ladung der vom Röntgenquant ausgelösten und durch den Gasverstärkungseffekt vervielfachten Elektronen wird am Entkopplungskondensator gesammelt und führt dort zu Spannungsimpulsen von einigen Millivolt, wobei ihre Größe der Energie der eintretenden Röntgenstrahlung proportional ist. Allerdings erzeugt eine im Detektor in elektrische Impulse umgesetzte monochromatische Fluoreszenzstrahlung eine Impulshöhenverteilung entsprechend einer Gaußschen Verteilung. Dabei ist die Breite dieser Gaußkurve ein wichtiges Maß für die Güte eines Detektors, die durch die Halbwertsbreite HWB_{rel} charakterisiert wird und nach Division der realen Halbwertsbreite durch die Energie im Maximum der Gaußkurve in Prozent angegeben wird.

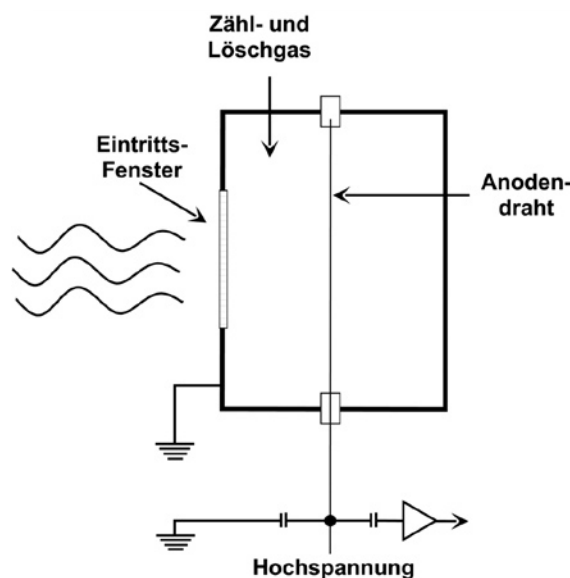


Abbildung 5: Schema eines Proportionalgaszählrohrs



Tabelle 3:
Kenndaten für die
Elemente Chlor
und Schwefel

	K α -Übergang [eV]	Absorptionskante [eV]
S	2,3	2,46
Cl	2,6	2,80

$$HWB_{rel} = \frac{W \cdot 100}{E} \%$$

W = gemessene Halbwertsbreite

E = Energie der detektierten Strahlung

Die theoretisch beste Auflösung eines Proportionaldetektors liegt bei 11,5 Prozent, angegeben für die Mn K α -Linie. Die derzeit auf dem Markt befindlichen Detektoren erreichen eine Auflösung von 13 bis 15 Prozent.

Diese Angaben der Auflösung bei Proportionaldetektoren sind für den Anwender jedoch sehr theoretisch, denn die RFA-Spektren enthalten stets zusammen mit den K α -Linien noch die dazugehörigen K β -Linien, wodurch sich eine Vergrößerung der theoretischen Halbwertsbreite ergibt (Abbildung 6). Und wegen der insgesamt überhaupt schlechten Auflösung der Proportionaldetektoren können damit direkt die Spektren benachbarter Elemente überhaupt nicht getrennt werden, sondern dann müssen Kantenfilter eingesetzt werden (siehe unten).

Als Beispiel für die Leistungsverbesserung durch Anwendung von Sekundärfiltern sei ihre Wirkung bei der Bestimmung von Chlor und Schwefel in sehr leichten Matrices, wie zum Beispiel Mineralölprodukte, genannt. Die Differenz der K α -Linien beträgt nur etwa 300 eV (Tabelle 3). Betrachtet man die Lage von Röntgenemissionslinien und Absorptionskanten für

eine Mischung aus Chlor- und Schwefel-haltigen Stoffen, erkennt man, dass ein Schwefel-haltiges Filter nur die Schwefel-K- und längerwellige Röntgen-Strahlung durchlässt, während ein Chlor-haltiges Filter zusätzlich auch noch die Chlor-K-Strahlung durchlässt. Mit einem Detektor mit geringer Auflösung kann trotzdem die Intensität der Röntgenstrahlung von Chlor und Schwefel ermittelt werden. Bei der Messung mit dem Chlor-Filter wird die Summe der Strahlung von Chlor und Schwefel erhalten, mit dem Schwefel-Filter nur die des Schwefels. Durch Differenzbildung kann auch die Strahlung des Chlors allein berechnet werden. Dabei ist die Nutzung eines Chlor-Filter notwendig, weil von der Probe immer auch noch die energiereichere Röhrenstrahlung gestreut wird.

Diese Streuung der Röhrenstrahlung macht darüber hinaus eine Optimierung der Röhrenausswahl notwendig. Betrachtet man die Wellenlängen beziehungsweise Energien der einzelnen Strahlungen genauer, so stellt man fest, dass durch ein Chlor-Filter die Rh L α -Strahlung nicht absorbiert wird. Daher muss auch noch die verwendete Röntgenröhre dem Analysenproblem angepasst werden, wobei zum einen gilt, dass die gestreuten Röhren-Linien nicht mit erfasst werden dürfen, zum anderen die Anregung aber dann am empfindlichsten ist, wenn die Röhrenlinien auf der energiereicheren Seite möglichst wenig von den Absorptionskanten der zu bestimmenden Elemente entfernt sind. Daher ist für die Bestimmung von Chlor und Schwefel eine Palladium-Röhre optimal.

Halbleiter-Detektoren

Wesentlich bessere Energie-Auflösung weisen Halbleiter-Detektoren auf. Hierbei wird die Tatsache ausgenutzt, dass Röntgenquanten beim Auftreffen auf einen Halbleiter-Kristall in den obersten Schichten Fotoelektronen auslösen, die zu einer Leitfähigkeit führen. Da die Herstellung von hochreinen Halbleitern zur Zeit industriell noch nicht realisierbar ist, werden dazu Lithium-gedriftete p-leitende Silicium-Kristalle verwendet. Silicium kann nämlich eine gewisse erhöhte Eigenleitfähigkeit dadurch erhalten, dass sich im Gitter Fremdatome befinden, die zu Störstellen führen. Dabei unterscheidet man zwischen n-leitendem Silicium, das Atome mit fünf Valenzelektronen, wie P, As, Sb, als Ladungsdonatoren enthält – nur vier Elektronen der äußeren Schale werden zum Gitteraufbau benötigt – und p-leitendes Silicium, das Atome mit drei Valenzelektronen, wie B, Al, Ga, In, als Ladungsakzeptoren enthält – liefert das Fremdatom nur drei Elektronen für den Gitteraufbau, bleibt eine Elektronenfehlstelle, ein Loch.

Lithium-gedriftetes Silicium erhält man dadurch, dass man durch Bor als Fremdatom p-leitendes Silicium zwischen zwei Metallkontakte gibt, auf eine Seite eine dünne Schicht Lithium aufbringt, eine Gleichspannung von etwa 500 V anlegt und die ganze Diode auf circa 200 °C erwärmt. Das bei diesen

Abbildung 6 a:
Gaußsche
Verteilung
eines Mangan-
spektrums mit
eingezeichnete
Halbwertsbreite

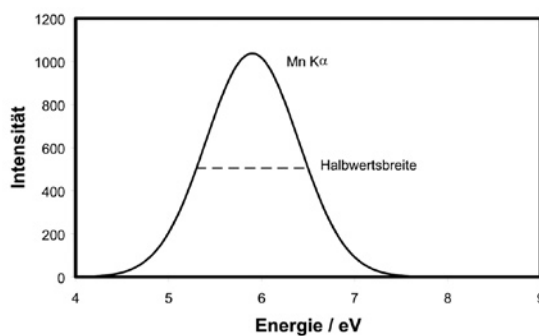
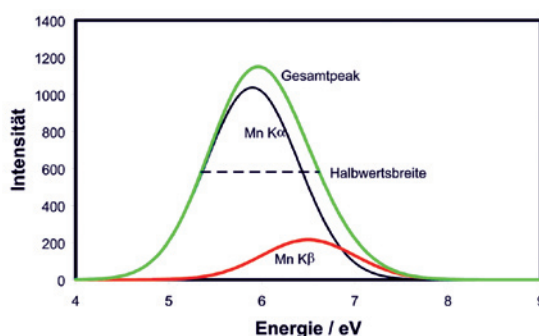
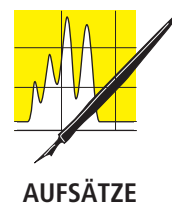
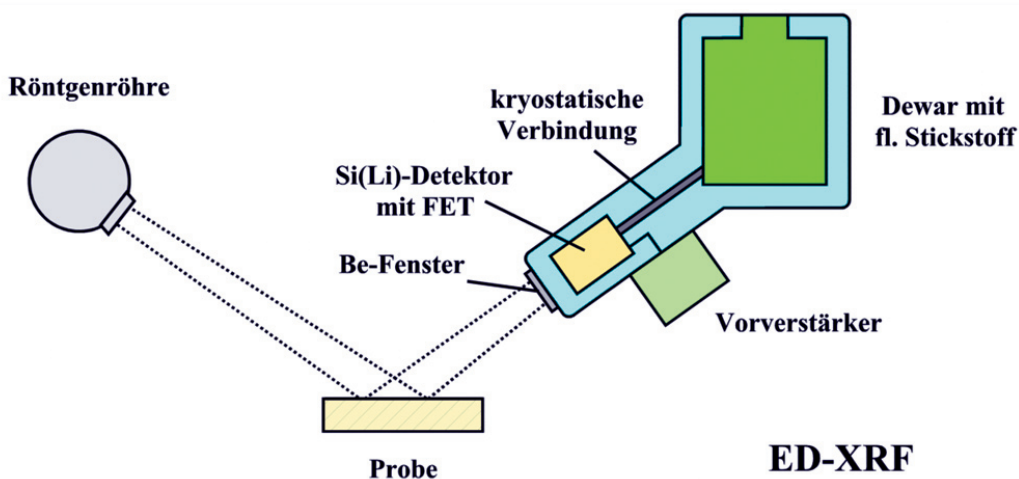


Abbildung 6 b:
Halbwertsbreite
eines Mangan-
spektrums mit
K α - und K β -
Linien





AUFsätze

Abbildung 7: Schematische Darstellung eines energiedispersiven Röntgenfluoreszenz-Spektrometers mit Si(Li) Halbleiter Detektor

Temperaturen sehr bewegliche Lithium wandert dann in Form von positiven Li^+ -Ionen im elektrischen Feld durch den Silicium-Kristall, neutralisiert die negative Ladung der Bor-Ionen, so dass die Diode echte Halbleiter-Eigenschaften erhält. Die so gewonnene Diode wird zur Herstellung eines Si(Li)-Detektor verwendet. Dazu erhält sie auf beiden Seiten aufgedampfte Goldkontakte, von denen eine Seite ringförmig ist, um den Strahleneintrittsbereich frei zu lassen. Zwischen beiden wird zudem eine Hochspannung von 600 bis 1500 V angelegt. Um den durch Erwärmung auftretenden Störsignalstrom (Rauschen) zu unterbinden, der dadurch zustande kommt, dass bei Erwärmung Bindungen aufbrechen und dadurch frei bewegliche Ladungsträger entstehen, wird der Detektorkristall mit flüssigem Stickstoff gekühlt oder durch eine nicht ganz so wirksame elektrische Peltierkühlung umgeben. Zudem erfolgt eine Isolierung zur Umgebungstemperatur, indem der Detektorkristall schwingungsfrei in einem hoch evakuierten Rohr installiert ist, durch einen Kupferstab mit dem flüssigen Stickstoff verbunden (Abbildung 7).

Zur Probe hin ist das Rohr mit einem $5 - 15 \mu\text{m}$ dünnen Beryllium-Fenster als Strahleneintrittsfenster verschlossen. Die Dicke des Fensters ist für die Durchlässigkeit im Bereich der niederenergetischen Strahlung maßgebend, die derzeit dünnsten absorbieren circa 30 bis 40 Prozent der Natriumstrahlung ($Z=11$). Seit 1985 werden auch Fenster aus extrem dünn geschliffenem Diamant oder Kunststoff verstärkte Be-Fenster eingesetzt. Diese zeichnen sich durch eine wesentlich bessere Durchlässigkeit für die Strahlungen der leichten Elemente aus. Zum einen können damit die Nachweisgrenzen für die leichten Elemente $Z=11$ bis 16 verbessert werden, zum anderen wurde der „erfassbare“ Elemente-Bereich bis zum Sauerstoff $Z=8$ ausgedehnt. Diese dünnen Fenster sind jedoch sehr instabil und anfällig für mechanische Beschädigungen.

Die einfallende Strahlung ionisiert das Silicium durch den Fotoeffekt. Das Fluoreszenzphoton dringt in die Atomhülle des Siliziums ein und schlägt hier ein

Elektron heraus, wodurch das Si-Atom ionisiert wird und ein Elektronen-Loch-Paar entsteht. Dabei erzeugt die Fluoreszenzstrahlung der Energie E_0

$$n = E_0 / \epsilon$$

E_0 = Energie der Strahlung

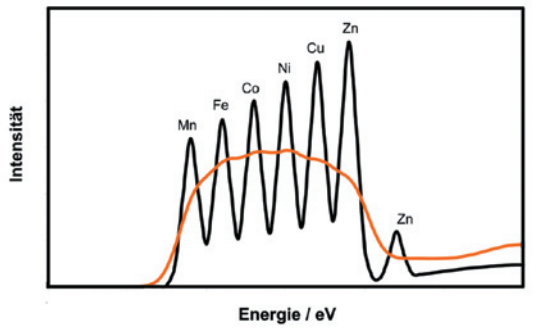
ϵ = Energie, die zur Bildung von freien Ladungsträgern in N_2 gekühltem Si benötigt wird

freie Ladungsträgerpaare. Die Energie, die zur Bildung eines Elektronen-Loch-Paares in gekühltem Silicium notwendig ist, beträgt $\epsilon = 3,72 \text{ eV}$ und ist damit eine Größenordnung kleiner als die entsprechende Energie für ein Zählrohrgas. Die erzeugten Ladungsträger werden von der Hochspannung zu den Elektroden hin abgezogen und in der nachgeschalteten Elektronik proportional verstärkt, so dass die Amplitude des Ausgangsimpulses proportional zu n und damit zu E_0 ist.

Während der größte Teil der einfallenden Strahlungsenergie zur Bildung von Elektronen-Loch-Paaren führt, wird ein kleinerer Teil zur Anregung von Gitterschwingungen im Si-Kristall verbraucht, wodurch sich eine statistische Unschärfe ergibt. Die daraus sich ergebende Halbwertsbreite beträgt für den mit flüssigem Stickstoff gekühlten Si(Li)-Detektor-Kristall 110 eV, bezogen auf die Mn $K\alpha$ -Linie. Sie wird durch das Rauschen der nachfolgenden Elektronik etwas verschlechtert, so dass sich eine mittlere typische Auflösung von 155 eV ergibt. Diese Auflösung ist abhängig von der aktiven Fläche des verwendeten Kristalls. Für die gebräuchlichsten Kristallgrößen mit einer aktiven Fläche von $10 - 80 \text{ mm}^2$ ergeben sich typische Halbwertsbreiten von 140 bis 170 eV (Abbildung 8).

Eine noch bessere Auflösung von bis zu 125 eV herunter weist der Ge(Li)-Detektor auf, doch er behält diese hohe Leistungsfähigkeit nur, wenn die Kühlkette mit flüssigem Stickstoff vom Anlegen der ersten Spannung an nicht mehr unterbrochen wird. Dieser hohe Aufwand hat dazu geführt, dass er praktisch nur in Raster-Elektronenmikroskopen eingesetzt wird.

Abbildung 8:
Vergleich der
Auflösung von
Proportional-
zähler (rot) und
Si(Li)-Halbleiter-
detektor
(schwarz)



Besondere Ausführungen der Halbleiter-Detektoren stellen die Si-Driftkammer und die PIN-Diode dar. Ein Halbleiter-Detektor nach dem Driftkammer-Prinzip mit einer aktiven Fläche von nur 5 mm² erreicht bei thermoelektrischer Kühlung (Peltier) eine gute Auslösung, wobei zwei Typen verfügbar sind, nämlich solche mit sehr guter Energieauflösung (bis zu 138 eV bei 1000 cps) und solche mit extrem hoher Impulsbelastbarkeit, bei dann allerdings schlechterer Auflösung (315 eV bei 1 000 000 cps, Mn K α -Linie). Die peltiergekühlte PIN-Diode erreicht eine Auflösung von 220 +/- 20 eV für die Mn K α -Linie.

Untergrundreduzierung mittels Primärstrahlfilter

Von der Probe wird nicht nur das angeregte Fluoreszenzspektrum emittiert, sondern auch noch das Röhrenspektrum (Brems- und Eigenstrahlung der Anode) gestreut, wobei die Streuung umso stärker ist, je leichter, das heißt je kleiner der Massenschwächungskoeffizient der Matrix ist. Dies hat aber erheblichen Einfluss auf die Detektor-Auflösung und auf die Empfindlichkeit. Jeder energiedispersive Detektor hat nämlich eine merkliche Abnahme der Auflösung in Abhängigkeit von der Impulsrate (zum Beispiel Si-Driftkammer 200 eV bei 50 000 cps und 350 eV bei 1 000 000 cps), so dass für reale Messungen die Impulsrate begrenzt ist. Zudem hängen

Empfindlichkeit und Nachweisgrenze nicht nur von der Intensität der Fluoreszenz-Strahlung des zu bestimmenden Elementes ab, sondern auch noch von der von der Probe gestreuten Röhrenstrahlung (Untergrund). Je geringer die Untergrundstrahlung im Bereich der zu messenden Fluoreszenzlinie ist, desto kleiner ist auch die Nachweisgrenze. Daher kommt der Reduzierung der Untergrundstrahlung eine erhebliche Bedeutung zu.

Die Streustrahlung im Bereich der Fluoreszenzlinie kann man durch geschickte Auswahl von Primärstrahlfilter erheblich senken, denn von ihnen wird insbesondere im Energiebereich kurz oberhalb der Absorptionskante kaum Röhrenstrahlung durchgelassen, da an der Absorptionskante die Absorptionsprunghaft ansteigt. Dadurch kommt es im Probenspektrum oberhalb der Filterkante zu einer außerordentlich starken Reduzierung der Untergrundstrahlung, was zu erheblicher Erhöhung der Empfindlichkeit für die Bestimmung der Elemente mit etwas höheren Ordnungszahlen als das Filterelement führt. Die meisten Geräte können verschiedene Filter nach Wahl einsetzen, bei neueren Spektrometern hat die Zahl der computer-gesteuert einsetzbaren Primärstrahlfilter deutlich zugenommen. Typische Filterstärken liegen im Bereich von 5 bis 400 μ m. Typische Filtermaterialien sind Aluminium, Titan, Chrom, Eisen, Kupfer, Zirkon, Molybdän, Rhodium, Silber, Cadmium und Zinn. Zur Erzielung guter Resultate sollte die Röhrenspannung etwa zehn kV über der Energie der Absorptionskante des Filtermaterials liegen.

Mit Primärstrahlfiltern zwischen Röhre und Probe wird jedoch nicht nur der Untergrund in einem gewissen Energiebereich stark reduziert, sondern man erreicht im Energiebereich unterhalb der Absorptionskante eine quasimonochromatische Anregung. Die Bremsstrahlung der Röhre wird nämlich im Filter nicht nur stark absorbiert, sondern das gewählte Filtermaterial wird auch zur Röntgenfluoreszenz angeregt. Es sendet dann seine charakteristische Fluoreszenzstrahlung aus, die dann für die Anregung der leichteren Elemente der Probe (Ordnungszahl mindestens um zwei kleiner als die des Filtermaterials) verantwortlich ist und deren Bestimmung wesentlich empfindlicher macht (Abbildung 9).

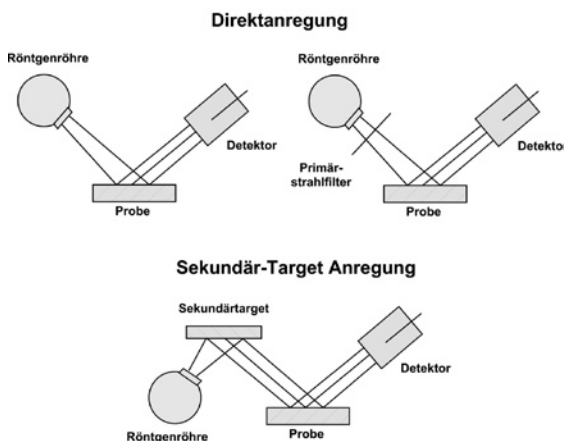


Abbildung 9:
Darstellung der
verschiedenen
Anregungsarten
bei der energie-
dispersiven
Röntgen-
fluoreszenz-
Spektrometrie

Anregungsoptimierung und Untergrundreduzierung durch Sekundärtargets

Zur Fluoreszenzanregung von Elementen ist diejenige Anregungsenergie am günstigsten, die gerade oberhalb der Energie der Absorptionskante des jeweils zu analysierenden Elementes liegt. Dies wird bei Systemen mit Sekundäranregung ausgenutzt. Dabei wird die von der Röntgenröhre erzeugte Strahlung dazu verwendet, ein aus einem Element bestehendes Target anzuregen und nur die vom Target ausgehen-

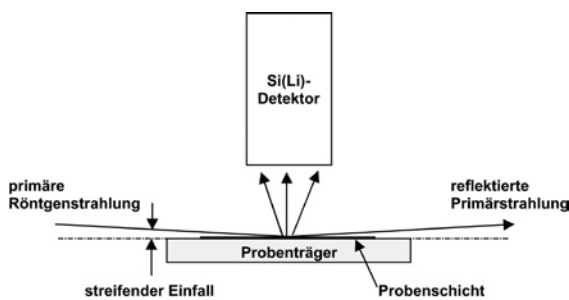


Abbildung 10: Schema eines Spektrometers zur Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse

de Fluoreszenzstrahlung zur Anregung der Probe zu verwenden (Abbildung 9). Da die Intensitätsverluste bei dieser Art der Anregung sehr groß sind, müssen Röntgenröhren mit einer Leistung von mindestens 400 W und höher verwendet werden.

Der große Vorteil der Sekundärtargetanregung liegt in der Möglichkeit, auf die jeweils analytischen Erfordernisse angepasste Targets zu verwenden. Nicht alle als Targetmaterial geeigneten Metalle können wegen ihrer thermischen und elektrischen Eigenschaften direkt als Anodenmaterial für Röntgenröhren verwendet werden, um so Röhren zu produzieren, deren charakteristische Eigenstrahlung für die Anregung optimal ist.

Im Gegensatz zu Primärstrahlfiltern liefern die Sekundärtargets eine wirkliche monochromatische Strahlung für die Anregung der Probe. Die dadurch erreichte Untergrundminimierung erleichtert die Analyse von Spurenelementen wesentlich. Als Targetmaterialien können alle Metalle verwendet werden – die auf dem Markt derzeit vorhandenen Geräte (Jordan Valley und Spectro) nutzen solche aus Al, Mg, Si, Ti, Cu, Fe, Ge, Mo, Sn und Gd. Normalerweise werden die als Pulver vorliegenden Metalle verpresst und das so entstandene Target in den dafür vorgesehenen Halter im Gerät eingesetzt. Die Targetpositionen können dann über die Software des Systems ausgewählt werden.

Untergrundreduzierung mittels Totalreflexion

Bei der Untersuchung sehr kleiner Stoffmengen wird die Streustrahlung fast ausschließlich durch den Probensträger verursacht, in diesen Fällen kann die Nachweisgrenze erheblich dadurch gesenkt werden, dass die Untersuchungen unter solchen Bedingungen erfolgen, bei denen eine Totalreflexion der Anregungsstrahlung an Probensträgern, zum Beispiel aus Quarz oder Plexiglas erfolgt. Diese Totalreflexion der Primärstrahlung an ebenen Probensträgern erreicht man dadurch, dass man sie in einem sehr flachen Winkel von nur wenigen Bogenminuten mittels eines entsprechenden Reflektors auf die Probe richtet und dann die Fluoreszenzstrahlung im Winkel

von 90° zur Probensträgeroberfläche misst. Abbildung 10 zeigt dies schematisch. Optimale Bedingungen werden dabei mit Feinfokusröhren erhalten, deren Brennfleck als Strichfokus von nur wenigen μm Höhe, aber fast 10 mm Breite erscheint. Hierdurch werden die Nachweisgrenzen bis in den femto- bis pikogramm-Bereich gesenkt. Die relativen Nachweisgrenzen unterscheiden sich jedoch nicht von denen normaler energiedispersiver Systeme, denn die Wirkung der Totalreflexion wird nur bei sehr geringen Substanzmengen erreicht. In diesen sehr dünnen Substanzschichten auf den Trägern kommt es dann allerdings nicht mehr zu Matrixeffekten, so dass selbst bei einfacher Kalibrierung mit reinen Lösungen der zu bestimmenden Elemente Nachweisgrenzen bis zu ng/mL erreichbar sind. Dabei ist aber zu berücksichtigen, dass es sich eben um eine Methode zur Mikroanalyse dünnster Schichten handelt.

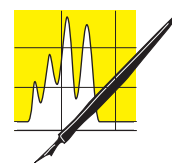
Untergrundreduzierung mittels Polarisation

Die das Signal/Untergrund-Verhältnis beeinflussende Streustrahlung kann man auch sehr stark verringern, wenn man mit polarisierter Röntgenstrahlung die Probe zur Fluoreszenz anregt und dann senkrecht zur Polarisationsebene die Fluoreszenzstrahlung misst. Dazu richtet man die Röntgenstrahlung der Röntgenröhre auf ein geeignetes Streutarget – amorpher Korund oder Borcarbid – und verwendet dann die um 90° zur Streuebene gestreute Strahlung (Barkla-Streuung) zur Anregung, denn diese Strahlung ist senkrecht zur Ausbreitungsrichtung polarisiert. Wird dann die zu untersuchende Probe mit dieser polarisierten Röntgenstrahlung angeregt, so empfängt ein geeignet positionierter Detektor im Idealfall nur die in der Probe angeregte Fluoreszenzstrahlung und nicht die an der Probe gestreute Primärstrahlung. Die gestreute Primärstrahlung verursacht nämlich in der konventionellen EDRFA den Hauptanteil des spektralen Untergrunds.

Teil 2 dieses Beitrages befasst sich mit den analytischen Möglichkeiten der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometrie und erscheint in einer der nächsten Ausgaben dieser Zeitschrift.

Literatur:

- (1) R. Jenkins, Einführung in die Röntgenspektrometrie, Heyden & Son Ltd., London 1977
- (2) R. Klockenkaemper, Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse, Analytiker-Taschenbuch, Band 10, Springer-Verlag, Berlin 1991
- (3) A. Janßen, J. Flock; Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzspektrometrie, CLB 51, 166 – 173 (2000)
- (4) J. Heckel, J. Trace Microprobe Tech. 13 (1991) 2: 97-108
- (5) M. Haschke, LaborPraxis 23 (1999) 3: 50-52



AUFsätze

Ein historischer Verbundwerkstoff und die Herzogliche Kartonfabrik Ludwigslust

Georg Schwedt, Mirko Ocvirk, TU Clausthal

Als Ersatz für Holz, Stein, Gips, Horn, Porzellan oder Metall wurde dieser Verbundwerkstoff schon im 15. Jahrhundert in Europa erfolgreich eingesetzt. Er spielt heute fast nur noch in der Kunst bzw. im Hobbyhandwerk eine Rolle. 1993 jedoch hat die Zellform Gesellschaft in Österreich für einen Bürobotler aus einer High-Tec-Variante des Papiermachés (ohne Binde- oder Klebemittel) den österreichischen ECO-Design-Preis erhalten. Ein aktuelles Anwendungsbeispiel stellt die Gipsfaserplattenherstellung der Fels-Werke GmbH in Goslar dar, die ihr Produkt bei Seesen/Münchehof herstellen. Es handelt sich um eine Gips-Papier-Mischung mit max. 20 Prozent Papieranteil, die ebenfalls ohne zusätzliche Leime/Kleister auskommt und international anerkannt ist. Außerdem gewinnt Papiermaché in der Restaurierung von kulturhistorisch bedeutenden plastischen Objekten zunehmend an Bedeutung. Vorstellbar sind auch neue Ansätze für ein Recycling von Papierabfällen.

Von 1756 bis 1825 bestand in der südlich von Schwerin gelegenen kleinen Residenzstadt Ludwigslust eine herzogliche Kartonfabrik. Herzog Friedrich der Fromme von Mecklenburg-Schwerin (1717-1785) hatte sich zum Bau eines Residenzschlosses (Abbildung 1) an der Stelle eines Jagdschlusses entschlossen. Für die geplante prächtige Ausstattung von Schloss, Kirche und Park in Ludwigslust reichten jedoch die vorhandenen Finanzen nicht aus. Deshalb wurden nicht nur für Büsten, Plastiken, Statuen und Stuck sondern auch für tragende Gebäudeteile (Pfeiler) Papiermaché-Kartonagen verwendet. Eine Kartonagenmanufaktur war zunächst dem Baubetrieb des Schlosses angegliedert.

Das Rezept gilt nach V. Hoyer [1] als Erfindung des früheren Lakaien und späteren Fabrikinspektors Johann Georg Bachmann, dessen Geheimnisse der Zusammensetzung er bis zu seinem Tod bewahrte. Hoyer schreibt: „Auch heute noch rätselt man über die wahren Zutaten. Gips, Weingeist, Harz und vor allem Altpapier, das der sparsame Herzog Friedrich aus den Steuerämtern holte, bildeten Grundzutaten plus ein geheimes Pulver, das offenbar nur Bachmann kannte.“

Die Autoren:

Der Buchautor und Mitherausgeber der CLB, Prof. Dr. Georg Schwedt (oben), ist seit 1987 Professor für Anorganische und Analytische Chemie an der Technischen Universität Clausthal.

Der Diplochemiker Mirko Ocvirk ist Projektmitarbeiter im Institut für Anorganische und Analytische Chemie in Clausthal mit dem Schwerpunkt Sickerwasserdiagnostik.



Abbildung 1: Schloss Ludwigslust heute (Foto: Schwedt).

Eine Werkstatt und ein Bildhaueratelier befanden sich zunächst auf dem Schlossgelände in der ehemaligen Lakaienbaracke – hier wurde geforscht und experimentiert, zunächst unter Anleitung des Hof Tischlers und Bildhauers Christian Ludwig Sievert. 1765 wird von einem englischen Reisenden über die Herstellung von Möbeln aus Pappmaché in Ludwigslust berichtet. 1773 erließ der Herzog eine Order an seine Ämter, dem Lakaien Bachmann altes unbrauchbares Papier zu liefern. An einigen Büsten im Schloss ist noch Papier mit Zahlenkolonnen (also aus der Finanzbehörde) zu erkennen. 1764 übernahm Johann Georg Bachman (1738-1815) die Aufsicht über die Ludwigsluster Papiermaché-Produktion, die er zu einer Manufaktur, der ersten *Cartonfabrique* Deutschlands ausbaute. 1787 bietet man in einem Katalog zahlreiche Produkte zum Verkauf an, ab 1788 existieren Kommissionsgeschäfte in Hamburg, Leipzig, Lübeck, Berlin, Prag und anderen Städten. Die 12 Ludwigsluster Kaiserbüsten im Park von Schloss Ludwigslust erwiesen sich als wetterfest. Sie wurden vor Beginn des Winters gekalkt und überstanden so Jahrzehnte. Andere Erzeugnisse der Ludwigsluster Manufaktur wurden vergoldet, erhielten braune (wie gebrannter Ton), graue (wie Sandstein) oder marmorierte Farben. Verwendet wurde aufgeweichtes Papier in mehreren Lagen oder auch eine fein zerkleinerte Papiermasse. 1787 arbeiteten 23 Tagelöhner in der Fabrik, die sich hinter dem späteren Gerichtsgebäude, dem heutigen Rathaus, befand. 1790 veröffentlichte Bachmann in dem in Weimar erscheinenden *Journal des Luxus und der Moden*, herausgegeben von dem Unternehmer Friedrich Justin Bertuch, ein „Verzeichnis der in der Herzogl. Carton-Fabrik zu Ludwigslust gefertigten Sachen nebst beygefügtten Preisen...“ Nach 1797 verschlechterte sich der Absatzmarkt. 1811 übergab Bachmann auf höhere Weisung die Lagerbestände



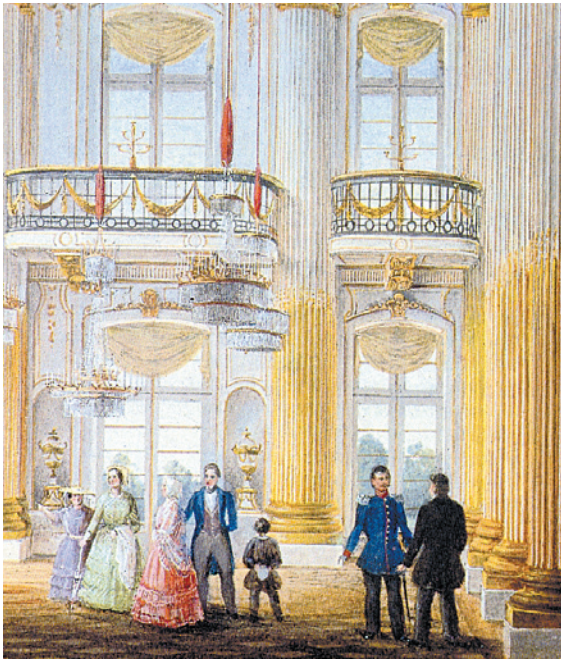


Abbildung 2: Goldener Saal: tragende Säule außen aus Ludwigsuster Carton, wie auch der Stuck und die Wandtäfelung (historischer Stich aus H. Kramer [1]).

an den Hofbaumeister Johann Georg Barca, 1816 übernahm der Galeriedirektor Friedrich Lenthe der Leitung der Fabrik. Bachmann starb 1815; er hinterließ keinerlei Informationen über die Herstellungsverfahren. Die neuen Leiter konnten den Zerfall nicht aufhalten und 1825 wurden auch die Formen vernichtet. Ein Versuch der Wiederbelebung durch den Schweriner Hofbaurat G. A. Demmler scheiterte. 1835 schließen die Abrechnungen der Ludwigsuster Kartonfabrik [1,2].

Bei B. Grünebaum [2] ist zu lesen: „Unter den vielen prachtvollen Räumen des Schlosses ist der Goldene Saal mit seiner phantastischen barocken Ausstattung hervorzuheben (Abbildung 2). Dieses Prunkstück lag dem frommen Herzog besonders am Herzen. Auch hier besteht die gesamte Innendekoration des festlichen Saales, der sich über zwei Etagen erstreckt, aus Papiermaché. Um die Pracht und den Glanz hervorzuheben, sind fast alle Schmuckelemente, Deckenskulpturen, Büsten, Putten, Kerzenleuchter, Spiegelrahmen, wie der Name des Saales bereits vermuten läßt, vergoldet.“

Papiermaché im „Brockhaus“

Im Brockhaus von 1839, dem „Bilder-Conversations-Lexikon für das deutsche Volk. Ein Handbuch zur Verbreitung gemeinnütziger Kenntnisse und zur Unterhaltung“ ist unter dem Stichwort zu lesen:

„*Papier mâché*“ heißt eine Masse von in Leimwasser gekochtem und nachher gestampftem Papier, aus der allerlei kleine und größere, zum Theil zierliche Gegenstände, namentlich Dosen, Kästchen, Figuren und Spielwaaren aller Art in Formen gebildet, wiederholt in Leimwasser und Öl getränkt und herauf in dazu besonders eingerichteten Öfen gebacken werden. Die

fernere Zurichtung und Vollendung erhalten sie auf der Drechselbank, durch Abschleifen mit Bimsstein, Poliren, Anfärben und Malen.“

Zu dieser Zeit gab es die Herzogliche Kartonfabrik in Ludwigslust am Rande der „Griesen Gegend“, einer flachen, sandigen Landschaft südlich von Schwerin schon nicht mehr. Im 1772 bis 1776 errichteten Schloss jedoch sind noch viele Schmuckelemente aus Pappmaché zu besichtigen (siehe oben).

Die Definition im Brockhaus Lexikon der Naturwissenschaften und Technik von 1983 lautet:

„Papiermaché, Masse, die durch Auflösen von Altpapier oder Zellstoff in Wasser unter Zusatz einer Leimlösung, Gummi oder Stärke, Gips, Kreide, Schwespat oder Ton hergestellt, in geölte Formen gepreßt und bei höherer Temperatur getrocknet wird, z.B. für Spielzeug, Attrappen.“

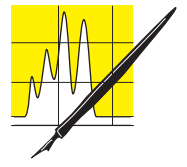
Der berühmte englische Chemiker und Physiker Robert BOYLE (1627-1691), Mitbegründer der englischen Akademie der Wissenschaften (Royal Society) beschrieb in seinem Buch „Uses of Natural Things“, wie man Papierabfälle in heißem Wasser auflöst und dann weiter verarbeitet [2].

Herstellung von Papiermaché nach verschiedenen Rezepten

Bei der Fabrikation von Papiermaché gibt es prinzipiell zwei unterschiedliche Wege: Entweder man entscheidet sich für die Schichten-Leim-Technik oder man erzeugt zunächst einen gussfähigen Brei, als Pulpen-Technik bezeichnet. In Ludwigslust sind beide Techniken angewandt worden – je nach dem Verwendungszweck des Werkstückes. Für unsere eigenen Untersuchungen haben wir eine Rezeptur nach Dörnig – s. in [3], (Abbildung 3) – ausgewählt, da die beschriebene Herstellungsweise für Variationen in den Ausgangsmaterialien geeignet ist. Die angegebenen Pulpenmasse ist bei der Produktion von Trockenstuck verwendet worden. Die Komponenten und deren Verarbeitung sind in Tabelle 1 zusammengestellt. Talkum (Talk: $Mg_3[(OH)_2 | Si_4O_{10}]$ wurde als Ersatz für Speckstein (fettig anfühlende Aggregate des Minerals Talkum) im Original eingesetzt.

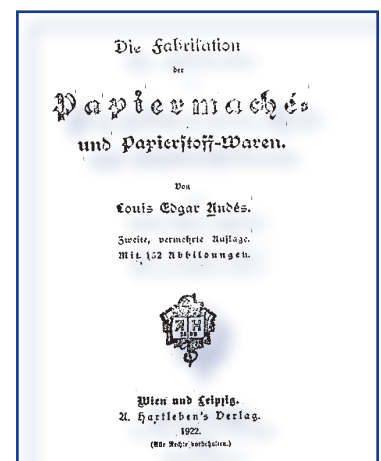
Arbeitsvorschrift

Zu 36 g Papier/Holzschliff (trocken) sind nach dem Aufkochen in einem 3,5 l Emaille-Topf und Zerkasern (mittels eines Haushalts-Mixgerätes) 27 g einer jeden in Tabelle 1 genannten Komponente hinzugefügt worden. Die Temperatur sollte danach 78 °C nicht überschreiten. Für die Herstellung der prismenförmigen Proben (Abbildung 4) ist der doppelte Ansatz verwendet worden. Jeweils 7 – 8



AUFsätze

Abbildung 3: Buchtitel „Andés, Louis Edgar: Die Fabrikation der Papiermaché- und Papierstoff-Waren, 2. Aufl., Wien und Leipzig 1922“



Komponente	Verfahrensschritt/Funktion
Talkum	beimengen
CaO	beimengen
Papier bzw. Holzschliff	zerfasern, aufkochen
Dextrose/Roggenmehl	als Mehlkleister
Knochenleim	als Kleister

Tabelle 1: Rezeptur für Papiermaché – nach Dörnig, in [3] (Zusatz zu Papier/Bindemittel Mehlkleister bzw. Holzschliff/Knochenleim)

Stunden an mehreren Tagen wurden diese Mischungen auf ca. 65 °C erhitzt. Nach dem Abkühlen werden die Massen nach dem Ausdrücken des Wassers in zylindrische bzw. prismenförmige Probenformen aus Metall hinein gedrückt, die innen zuvor mit Sonnenblumenöl bestrichen wurden. Die Proben auf Papierbasis verblieben 7 Tage bei 94 °C im Trockenschrank, für die Proben mit Holzschliff wurden 12 Tage zum Trocknen benötigt. Die Holzschliffproben ergaben in der Regel ein brüchiges und sprödes Material.

Untersuchungen und erste Ergebnisse

Um eine erste Information über Reaktionsabläufe zu erhalten, wurde der pH-Wert auf der Probenoberfläche bzw. im Probeninneren gemessen. Die erhaltenen Probenstücke wurden einer Materialprüfung in Bezug auf die Druck- und Biegefestigkeit unterzogen. Die pH-Entwicklung ist in Tabelle 2 dargestellt. Die auffällige Abnahme des pH-Wertes bei den Rezepturen mit Talkum lässt sich möglicherweise auf die Wirkung der Schichtsilikate zurückführen. Sie wirken als Ionenaustauscher und können unter anderem OH⁻-Ionen binden.

Die Probenvarianten aus Holzschliff ergaben wesentlich schlechtere Werkstoffeigenschaften (siehe Tabelle 3). Die Ursache hierfür liegt möglicherweise im Bindemittel oder in einer zu geringen Wechselwirkung zwischen den Holzfasern. Der Zerfaserungsgrad bildet allgemein eine wesentliche Größe für die Stabilität der Papiermaché-Erzeugnisse. Die gestrichelten Linien in der Tabelle 4 bedeuten, dass eine Festigkeitsprüfung

Tabelle 2: pH-Werte in den Pulpenlösungen und im Papiermaché (* Bezugsquelle: Sehesteder Naturfarben, Adolf Riedl, 24814 Sehestedt)

Probe	Pulpe		Papiermaché	
	Beginn	Ende	innen	außen
A – Dörnig Original-Mischung	11,0	6,5	8,0	7,5
B – wie A, ohne Talkum	11,5	12,2	11,7	10,8
C – wie A, mit Knochenleim	12,4	8,8	7,5	7,2
D – Holzschliff, nach A	11,0	6,6	10,1	9,1
E – wie D, CaO, Mehlkleister	12,0	11,2	12,7	12,0
F – wie D, Talkum, CaO, Knochenleim *	12,3	9,1	9,2	8,5

Probe (siehe Tab. 1)	σ (Druckfestigkeit) [N/mm ²]	σ (Biegefestigkeit) [N/mm ²]
A	9,44	0,134
B	6,45	-----
C	4,22	-----
D	-----	-----
E	0,76	-----
F	-----	-----

Tabelle 3: Ergebnisse der Materialprüfung (Erläuterung siehe Text; die Untersuchungen wurden von Frau Dipl.-Ing. U. Ahlers, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe – Abt. Bindemittel und Baustoffe, TU Clausthal, Prof. Dr. A. Wolter, durchgeführt).

wegen der erkennbar geringen Probenfestigkeit nicht durchgeführt wurde. Die Papiervarianten erzielten Festigkeiten, wie sie von heute verwendeten Baustoffen erreicht werden. Bei den Druckmessungen wurden die Probenkörper stark deformiert. Sie wurden auf etwa 40 % der Ursprungshöhen zusammengedrückt, ohne dass dabei eine Riss- oder Bruchbildung auftrat. Das Material nach dem Originalrezept von Dörnig wies die höchste Druck- und eine messbare Biegefestigkeit auf. Die Anforderung an Gipsputze nach DIN 11682 mit einer Mindestdruckfestigkeit von 2,5 N/mm² wird von den Proben A bis C erfüllt (Tabelle 3).

Nach Untersuchungen von Wehrsig [4] konnte an Deckenrosetten der Kirche in Dorf Mecklenburg aus Ludwigsluster Papiermaché ein „Gehalt an Öl, Wachs, Protein und Stärke (...) durch mikrochemischen Nachweis ausgeschlossen“ werden. Es wird die Meinung vertreten, dass „die innere Stabilität von Papiermaché (...) auf der Verfilzung der Fasern (beruhe). Die Adhäsionskräfte zwischen ihnen sind stärker, je weiter die Pflanzenfasern zermahlen und mechanisch zerstört, das heißt denaturiert sind; insgesamt betrachtet weist das Material jedoch eine relativ schwache Eigenbindung auf. Es ist daher empfindlich gegen die Einwirkung mechanischer Kräfte.“

Ausblick

Das vorhandene Datenmaterial zeigt, dass in den historischen Rezepturen des Papiermachés ein Anwendungspotenzial als Werk- beziehungsweise Baustoff auch heute noch enthalten ist. Weitere Informationen

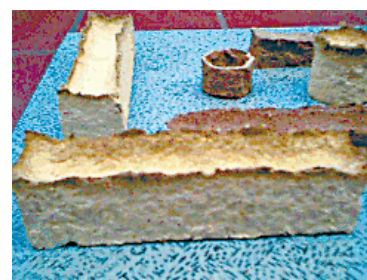


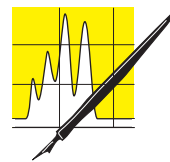
Abbildung 4: Prismen- und zylinderartige Probenstücke; Zusammensetzung siehe Tabelle 2

zu diesem Aspekt sind unter : www.zellform.com, www.museum-schwerin.de und www.fels.de zu finden.

Da im vorliegenden Falle die historischen Originalrezepturen verlorengegangen sind, ist hier nun eine moderne, interdisziplinäre Analytik erforderlich, um die damals angewandten Komponenten und deren komplexe Verarbeitung rekonstruieren zu können. Die Variationsvielfalt der Ausgangsrezepturen wird auch eine chemometrische Untersuchung der Zusammenhänge zwischen eingesetzten Komponenten und erzielten Produkteigenschaften erforderlich machen.

Literatur

- [1] Hoyer, Volker: Ludwigslust - ein bewohntes Denkmal, Ludwigslust 1994 Kramer, Heike: Schloß Ludwigslust, Staatliches Museum Schwerin, Kunstsammlung, Schlösser & Gärten, 1997
- [2] Grünebaum, Gabriele: Papiermaché. Geschichte – Objekte – Rezepte, DuMont, Köln 1993
- [3] Andés, Louis Edgar: Die Fabrikation der Papiermaché- und Papierstoff-Waren, 2. Aufl., Wien und Leipzig 1922
- [4] Wehrsig, Algis: Polychrome Ausstattungsteile aus Papiermaché und Kartonage. Die Restaurierung der Deckenrosetten der Kirche in Dorf Mecklenburg und eines Versatzstücks der Ludwigslust Kartonagenmanufaktur, Zschr. f. Kunsttechnologie u. Konservierung 14 (Nr. 1), 23-36 (2000)



AUFsätze

Stellenangebote

MEDICE ist ein familiengeführtes Pharmaunternehmen mit anerkannten Markenpräparaten, die beim Arzt, Apotheker und Verbraucher großes Ansehen genießen. Wir nutzen konsequent die Chancen im Markt und setzen diese erfolgreich um.

Für unserer Abteilung Qualitätskontrolle suchen wir für das mikrobiologische Kontrolllabor zum nächstmöglichen Termin eine/einen

Laborant/in

Qualifikation:

Abgeschlossene Ausbildung als BTA, MTA oder als Chemielaborant/in mit einschlägiger Erfahrung in einem mikrobiologischen Kontrolllabor

Aufgaben:

In der Funktion sind Sie zuständig für folgende Aufgabengebiete:

- Mikrobiologische Untersuchung von Ausgangsstoffen und Fertigprodukten, u.a. Keimzahlbestimmung, Prüfung auf Sterilität und Endotoxine
- Nachweis bestimmter Mikroorganismen und Keimidentifizierung
- Mikrobiologisches Monitoring im Herstellungsbereich
- Mikrobiologische Untersuchungen im Rahmen von Reinigungsvalidierungen
- Erstellen von GMP-konformer Dokumentationen

Wir erwarten:

- analytisches Denkvermögen, ein hohes Maß an Eigenständigkeit und Verantwortungsbewußtsein, Teamorientierung, Durchsetzungsvermögen und Organisationstalent
- PC-Kenntnisse im Bereich der üblichen MS-Office-Anwendungen sowie englische Sprachkenntnisse

Ergreifen Sie die Initiative und senden Sie Ihre vollständigen Bewerbungsunterlagen z.Hd. Karin Stoltenhoff.



MEDICE

Chem.-pharm. Fabrik Pütter GmbH & Co. KG
Kuhloweg 37, 58638 Iserlohn

Telefon 02371 / 937-275
Fax 02371 / 937-4275
e-mail:
k.stoltenhoff@medice.de

www.medice.de

Mikroreaktionstechnik gewinnt an Fahrt

Umsatz für „Labortisch-Fabriken“ 35 Mio. Euro

Für ausgewählte Batch-Prozesse im Makrobereich ermöglichen Mikroreaktoren eine kontinuierliche Reaktionsführung mit kleinen Stoffmengen. Geringe Abmessungen bewirken kurze Stofftransportwege. Hinzu kommt, dass in einem Minireaktor das Verhältnis von Volumen zu Oberfläche um ein Vielfaches erhöht ist. Dadurch wird ein effektiver Wärmetransfer ermöglicht, was erhöhte Betriebssicherheit der Reaktoren – vor allem bei Reaktionen im Explosionsbereich – zur Folge hat. Bei der Suche nach neuen Produkten andererseits kommt es darauf an, die einzusetzenden Substanzmengen gering zu halten, den Reaktionsverlauf zu intensivieren und die Prozesskosten zu reduzieren. Auch hier eröffnet die Mikroreaktionstechnik neue Möglichkeiten.

Bei einem äußerst geringen Platzbedarf der „Mikrofabrik“ lassen sich hochwertige Chemikalien produzieren. Ebenso ebnen die

im Mikromaßstab durchgeführten Tests verschiedener, im makroskopischen System nicht einfach zu realisierender Reaktionsbedingungen mittelbar neue Wege für eine günstigere Reaktionsführung.

Mikromischer

Für eine Reaktion von zwei (oder mehr) Lösungen ist ein intensives Vermischen für ein gutes Ergebnis Voraussetzung. In der Makrotechnik gibt es hierfür zum Beispiel mechanische Rührwerke. Im Mikrobereich sind zwar solche bewegten Teile, um die Edukte zusammen zu führen, herstellbar, doch zeigte sich in der Praxis ihre Wirksamkeit und Lebensdauer recht begrenzt.

In der Mikroreaktionstechnik hat sich eine Durchmischung der Lösungen in zweckmäßig gestalteten Strömungskanälen bewährt. Solche statischen Mischer erreichen dann ein gutes Ergebnis, wenn sehr viele Grenzflächen zwischen den Edukten gebildet werden und ein diffuser Transport stattfindet.

Prof. Dr. Norbert Schwesinger (TU München) stellte unlängst ein Mikromischer-Mikroemulgator-Modul vor, das bei einer Größe von $25 \times 40 \times 1,3$ Kubikmikrometer und einem Maximaldruck von 2000 Kilopascal Flussraten wässriger Lösungen von bis zu 465 Milliliter pro Minute erreicht. Ein anderes Modul in gleicher Größe ermöglicht bei längeren Reaktionszeiten ein Verweilen in Kanälen, die außerdem geheizt oder gekühlt werden können. Durch die Wahl von Silicium können die Herstellungsverfahren der Mikroelektronik für die Module genutzt werden.

Ein Problem ergibt sich bei Mikromischern: Bei festen Reaktions- oder Nebenprodukten können die nur wenige Mikrometer weiten Kanäle des Mischers verstopfen und der Mischer dadurch unbrauchbar werden. Für den industriellen Einsatz von Mikromischern, zum

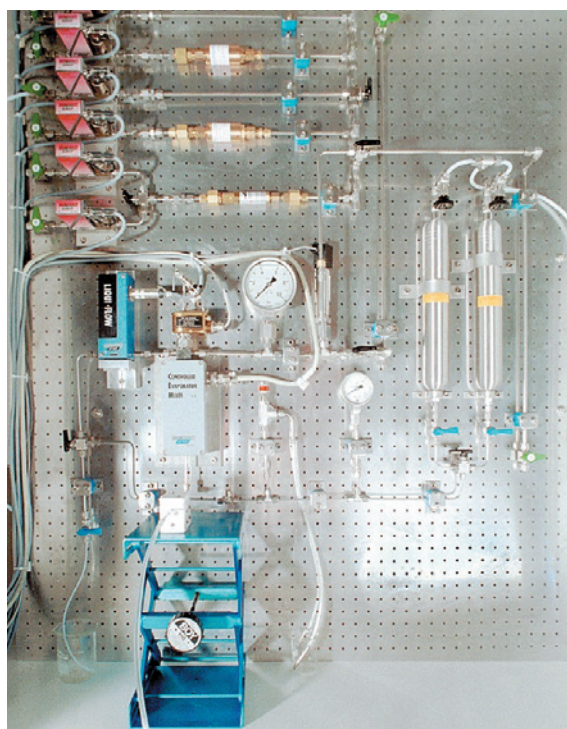
Beispiel bei organometallischen Reaktionen oder anorganischen Pulversynthesen stellt Fouling ein großes Hindernis dar. Zwei „Antifouling“-Mischer wurden vom Institut für Mikrotechnik Mainz (IMM) entwickelt: Im Prallstrahl-Mikromischer werden die zu mischenden Flüssigkeiten über zwei Röhren mit verengten Auslässen in einem speziellen Winkel aufeinander zugeführt. Die feinen Einzelstrahlen kollidieren und vermischen sich im freien Raum. Durch den fehlenden Wandkontakt wird Fouling vermieden. Der Separationsschicht-Mischer verzögert den Mischprozess künstlich durch einen speziellen Strömungsverlauf. Der Mischprozess findet in Tropfen oder in einer kontinuierlichen Strömung in unkritischer Entfernung vom Ausgang der Röhren statt.

Mikroreaktionssysteme

Zu dem von Professor Schwesinger entwickelten Mischer gehören auch ein Mikropumpen- und ein Mikroextraktions-Modul. Weitere Module sind in der Entwicklung. Eine einfache Verbindungstechnik ermöglicht den flexiblen Aufbau spezieller Mikroreaktionssysteme.

Die 2000 gegründete accoris GmbH entwickelt ebenfalls modular aufgebaute Mikrosysteme. In den mikroskopisch kleinen Reaktoren, aus denen die accoris-Produkte aufgebaut sind, lassen sich Stoffumwandlungen günstig durchführen. Die geringe thermische Trägheit gestattet eine extrem schnelle Wärmeübertragung und erlaubt definierte und reproduzierbare Reaktionsbedingungen. Auch hier ist durch geringe Reaktionsvolumina ein hohes Maß an Betriebssicherheit im Umgang mit giftigen und explosionsfähigen Chemikalien gegeben. Mit den nur wenige Quadratzentimeter großen Mikrosystemen sollen sich mehr als 100 Tonnen pro Jahr an hoch-

Einer dieser Teststände für die Wasserdampf-Formierung von Propan erreicht laut IMM bei der Propandampf-Reformierung mit Rh / Al₂O₃ – beziehungsweise Rh / Pt / CeO₂ / Al₂O₃ – Reformierungskatalysatoren und Temperaturen um 700 °C einen nahezu vollständigen Umsatz bei Millisekunden-Kontaktzeit (Foto: IMM).



CLB – Memory

Die CLB-Beilage für Ausbildung in Chemie, Labortechnik,

Chemietechnik, Biologie und Biotechnik

September 2002

Die weiche Revolution

Keine Kunststoffe ohne Weichmacher

Gartenstühle, Schuhsohlen, Folien aller Art, CDs und DVDs, Verpackungen, Reifen und Schläuche: Kunststoffe und Gummi sind aus unserem Leben nicht mehr wegzudenken. Polymere Werkstoffe, wie zum Beispiel Polypropylen, Polyurethane, Nitrilkautschuk oder Polyoxymethylen sind die Grundlage vieler Kunststoffe. Aber: längst nicht bei allen interessanten Produkten sind die tollen Leistungen der angepriesenen Kunststoffe allein den Polymeren zu verdanken. Wie bei einem Schüler, der mit guten Noten glänzt, kommen Bestnoten auch in der Kunststoffbranche oft nur mit einer guten Nachhilfe zustande. Bei Kunststoffen besteht diese nicht selten aus dem profanen Einmischen spezieller Zusatzstoffe, die polymere Werkstoffe schlagzäh, biegsam, witterungsbeständig und weich machen: Häufig machen erst Additive die Kunststoffe zu dem, was sie sind.

Eine Additiv-Klasse sind die Weichmacher: Ohne sie hätte sich zum Beispiel das spröde und brüchige PVC kaum seinen riesigen Markt erobern können; ohne Weichmacher wären manche Spritzgießwerkstoffe für das Spritzgießen völlig ungeeignet, ohne Weichmacher könnte man manche Gummimischungen nicht herstellen – Weichmacher machen Kunststoffprodukte nicht nur dehnbar, plastisch und elas-

tisch und bei tiefen Temperaturen flexibel, sondern erlauben vielfach erst die wirtschaftliche Verarbeitung der polymeren Werkstoffe. Man kann sogar noch weiter gehen: Sehr wahrscheinlich wäre die Kunststoffindustrie ohne die Erfindung der Weichmacher kaum über den Stand von anno Tobak hinausgekommen, denn die ersten Kunststoffe und modifizierten Naturpolymere wie Nitrocellulose oder Galalith waren hart und spröde und dadurch im Alltag kaum zu gebrauchen – natürlich fördert es nicht gerade die Vermarktung eines neuen Werkstoffs, wenn man zum Beispiel auf seinen Kamm Acht geben muss, als wäre er aus Meißner Porzellan.

Das änderte sich erst durch Weichmacher. Der erste, der in echten Kunststoffen zum Einsatz kam, war Kampfer (Abbildung 1) – nach Erkältungsbalsam riechende farblose Kristalle aus dem Holz des chinesischen Lorbeergewächses *Cinnamomum camphora*, die ein Tüftler namens John Wesley Hyatt und sein Bruder im Jahre 1869 in Nitrocellulose mischten, um dieses Material gefügiger zu machen. Dabei war Hyatt nicht der erste, der versuchte, den spröden Ur-Werkstoff der heraufdämmernden Kunststoffindustrie mit Additiven handhabbarer zu machen: Ein nicht weniger ehrgeiziger Erfinder namens Alexander Parkes versuchte es vor ihm zum Beispiel mit Holzteer und Pflanzenölen. Er hatte aber Probleme mit der Rezeptur: sein „Parkesin“ ließ sich zwar

halbwegs vernünftig verarbeiten, daraus gefertigte Damenohrringe, Kämmen und Armbänder verzogen sich aber innerhalb weniger Wochen derart, dass sie nicht mehr zu gebrauchen waren – vermutlich, weil Parkes Öle zu schnell verdunsteten. Andere Tüftler versuchten es mit Bananen- und sogar Fuselöl, das bei der Whiskydestillation anfiel – ebenfalls nicht mit überliefertem Erfolg.

Weich wie Kaugummi – hart wie Horn

Hyatts neuer Kunststoff war den Anforderungen des neu geborenen Kunststoff-Business besser gewachsen: Abhängig von der Menge des Kampfers, die er in Kollodium – aufgelöste Schießbaumwolle, chemisch: Nitrocellulose – mischte, konnte er einen Kunststoff erzeugen, der transparent, aber einfärbbar, hart wie Horn oder weich wie Rohgummi war: Zelloid. Eine der ersten Anwendungen dieses gefügigen Werkstoffs, der sich dank Hyatts duftender Rezeptur bei moderaten Temperaturen von 80 bis 90 Grad Celsius in

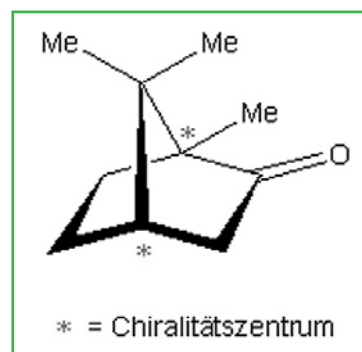


Abbildung 1: Campher, ein bicyclisches Terpen-Keton, bildet farblose Kristalle und weist einen charakteristischen Geruch auf. (Abbildung: Universität Zürich)

allerlei Formen bringen ließ, waren übrigens künstliche Gebisse, die ihren Trägern zwar wegen des durchdringenden Kampfergeruchs nicht immer Freude bereiteten, jedoch – auch aufgrund ihrer Einfärbbarkeit – schon ein deutlicher Fortschritt gegenüber den bislang verwendeten Hartgummiplatten waren. Später machte sich das Material einen Namen als ideales Trägermaterial für fotografische Filme.

Weichmacher an der Wiege des modernen Kunststoffs

Auch nach Hyatt blieb die Geschichte der Kunststoffe eng mit der ihrer Weichmacher verzahnt. Als man zum Beispiel im Werk Dormagen der neu gegründeten Bayer AG einmal über die Verwendung einiger hundert Tonnen eines spröden Kunststoffs namens Cellit nachdachte – eines Cellulose-Triacetats, das unter anderem zur Herstellung von Flugzeugscheiben verwendet wurde und im Jahr 1946 ohne rechte Verwendung auf dem Werksgelände herumlag – kam ein findiger Chemiker auf die Idee, das Material mit einem Weichmacher zu versehen. Schon war ein neuer Spritzgießwerkstoff geboren. Im Jahr 1952 bekam das neue, weichgemachte Cellit den Namen „Cellidor“. In den Fünfzigern fertigte man daraus Radiogehäuse, Armaturenbretter, Käbme, Spangen, Schraubenziehergriffe, Brillengestelle und so weiter und so weiter

Übrigens verfeinerte auch die Gummiindustrie ihre Produkte mit Weichmachern weiter: Zwar wird

der Gummi-Rohstoff Kautschuk durch langandauerndes Kneten mit der Zeit weich wie ein Kaugummi, allerdings nur, weil durch diese Behandlung die langen Kettenmoleküle dieses Polymers zerbrechen – womit man leider andere wichtige Eigenschaften dieses wertvollen Materials verschenkt. Darum begannen die Gummichemiker schon früh, ihren schwarzen Rezepturen allerlei flüssige Komponenten beizumischen, um sie weich zu machen – Steinkohlenteer, Pech, Öle und Terpene (wie Kampfer!), Paraffin und sogar Vaseline. Das machte die Gummi-Rohmischung auch ohne allzu heftiges Zerkleinern der Kautschukmoleküle klebrig genug, um sie trotz der vielen festen Zusätze wie Ruß bequem im Mischer verkneten zu können.

Daran sieht man, wie wichtig die so unscheinbaren Weichmacher für die Verarbeitung der Polymere sind – sie können einem an sich eher unscheinbaren polymeren Werkstoff ganz neue Eigenschaften mit auf den Weg geben. Dieses bemerkenswerte Potenzial zeigt sich paradoxerweise auch daran, dass selbst renommierte Chemiehistoriker heute Schwierigkeiten haben, auf dem Gebiet der Weichmachertechnik an Informationen zu kommen: die „richtigen“ Weichmacher sind derart wichtig für die Performance des Kunststoffs, dass das Wissen darüber über die Jahrzehnte in den Tresoren der Polymeranwender verschwand. So wurden die Weichmacher mit der Zeit zu eher anonymen Leistungsträgern.

Moderne Nachfahren des Kampfers

Fest steht aber: Hyatts Kampfer blieb nicht lange allein. Zwar werden noch heute zwei Drittel des weltweit produzierten Kampfers zur Zelluloidproduktion verwendet; bereits ein Chemielexikon aus dem Jahre 1931 verweist im Kapitel „Weichmacher“ neben diesem Terpen aber auch auf Phthalsäure- und Glycerinester sowie organische Phosphate wie etwa Trikresylphosphat, die Kunststoffe nicht nur weich machen, sondern

auch ihre „Unverbrennlichkeit“ fördern – tatsächlich konnte ein Nachfolger des Zelluloids, Celluloseacetat, mit einem wesentlichen Nachteil des Ur-Kunststoffs, seiner Brennbarkeit, aufräumen, wenn man ihn mit einer Mischung aus Kampfer und Phosphaten elastifizierte. Heute kennt man in der Technik ca. 400 Substanzen – „Renner“ und Exoten – die in irgendeiner Form als Weichmacher verwendet werden. Von kommerzieller Bedeutung sind davon ungefähr hundert. Mitte der 90er Jahre wurden weltweit mehr als 4,2 Millionen Tonnen Weichmacher eingesetzt.

Rund 90 Prozent aller Weichmacher werden heute in PVC verarbeitet – dieser von Haus aus beinahe glasspröde Kunststoff wäre ohne Weichmacherzusatz von bis zu 55 Prozent für die meisten Anwendungen schlichtweg unbrauchbar; selbst Hart-PVC kann noch bis zu zwölf Prozent Weichmacher enthalten, die die Verarbeitbarkeit dieses Werkstoffs verbessern. Auch in anderen Polymeren werden Weichmacher je nach Anwendung in den unterschiedlichsten Mengenanteilen verwendet: Papier (!) enthält rund fünf Prozent, thermoplastische Werkstoffe bis zu zehn, Elastomere manchmal bis zu 60 Prozent; es gibt sogar Kunststoffe, die zu 95 Prozent aus Weichmacher bestehen!

Eigentlich funktionieren Weichmacher immer nach dem gleichen Prinzip (Abbildung 2) – und das erklärt sich fast von selbst, wenn man versteht, wie Kunststoffe in ihrem Innern aufgebaut sind. Denn „Plastik“ besteht immer aus sehr langen Kettenmolekülen, die unter einem extrem starken Mikroskop wie lange Fäden aussehen würden. Ein Kunststoff, bei dem diese Fäden locker miteinander verknäult sind, ist weich. Bei vielen Kunststoffen haben diese Fäden allerdings die Eigenschaft, sich aneinander zu lagern wie Spaghetti in der Tüte. Tatsächlich: Wer seine Spaghetti etwas unachtsam in den Topf gibt und beim Kochen nicht umrührt, der

Abbildung 2: Weichmacher funktionieren, indem sie sich zwischen die Fadenmoleküle des Kunststoffs schieben und sie auseinanderdrängen. Sie wirken wie Öl auf einem Teller Spaghetti, das die Nudeln leichter aneinandervorbeigleiten läßt (Foto: Bayer AG).



findet im Nudelsieb anschließend neben locker verknäulten Nudeln auch Stücke, in denen die langen Nudeln noch fein säuberlich aneinander kleben wie in der Packung. Diese Klumpen wirken etwas härter als der Rest, obwohl die Nudeln auch darin weichgekocht sind. Bei Kunststoff-Fadenmolekülen ist es ähnlich: Eine starre Anordnung, die an den streng regelmäßigen Aufbau von Kristallen erinnert, lässt den Kunststoff nach außen hin steif wirken. Im Topf wie im Reagenzglas heißt das: bewegliche Knäuel: weich, starre Anordnung: hart.

Genau hier greifen Weichmacher ein. Denn hierbei handelt es sich in den meisten Fällen – egal, ob bei Kampfer oder Mineralöl – um Moleküle, die sehr viel kleiner sind als die Kettenmoleküle der polymeren Werkstoffe und bei der Verarbeitung des Kunststoffs in deren „Spaghettistruktur“ eingeknetet werden. Dabei schieben sie sich zwischen die aneinanderliegenden Kunststoff-Fadenmoleküle, bringen sie auf Abstand – und wirken zugleich wie Öl auf dem Spaghettiteller, das die Nudeln leicht aneinander vorbeigleiten lässt. So entsteht schnell eine lockere, bewegliche Struktur – der Kunststoff wird weich, und zwar um so mehr, je mehr Weichmacher man in den Werkstoff einbringt.

Dieses einfache Bild erklärt schon eine Menge Dinge, die den Alltag der Kunststoffchemiker ausmachen. Denn ein Großteil des Know-hows der Werkstoff-Entwickler besteht darin, die zum verwendeten Kunststoff ideal passenden Substanzen zu finden: In wasserabstoßende Moleküle wie zum Beispiel des Naturkautschuks kann man keine wasserfreundlichen Substanzen einkneten – die Stoffe würden sich trennen wie Wasser und Öl. Außerdem muss man die Weichmacher so aussuchen, dass sie auch in ihrer Molekülgestalt optimal zu den Kunststoffkettenmolekülen passen, die sich längst nicht gleichen wie eine Spaghetti der anderen – manche Polymere erinnern in

der Tat an glatte Nudeln, andere haben eine eher zickzackförmige Gestalt oder Ähnlichkeit mit einer Kette aus dicken Neonröhren, die über dünne Leitungen miteinander verbunden sind; wieder andere gleichen Colliers aus dicken Perlen. Hyatts Zelluloid war zum Beispiel nur deshalb ein so großer Erfolg, weil die Kampfermoleküle so hervorragend zwischen die perlenkettenartigen Moleküle der Schießbaumwolle passten.

Nicht jeder Weichmacher ist also für jedes Polymer geeignet. Hinzu kommt aber noch, dass jeder seine „Gastgebermoleküle“ ein wenig anders beeinflusst: der eine führt zu einer größeren Flexibilität bei tieferen Temperaturen, der andere ist speziell darauf zugeschnitten, Kunststoffe auch bei hohen Plusgraden nicht zerfließen zu lassen; wieder andere machen nicht nur weich, sondern funktionieren auch noch wie eingebaute Feuerlöscher, die Flammen schon im Keim ersticken, indem sie sich unter Hitzeeinwirkung zersetzen und dabei flammhemmende Stoffe abgeben.

Viele Lösungen für ein Problem

So konnte der Weichmacher-Bestellzettel der Kunststoff-Industrie im Laufe der Jahrzehnte zu einem stattlichen chemischen Zoo anwachsen, der jedoch von einer Reihe „großer Familien“ dominiert wird. Die Phthalsäureester (Phthalate) (Abbildung 3) verrichten ihren Job in PVC-Kabeln und -Folien, Lacken sowie Zellulose-Klebstoffen. Dicarbonsäureester machen weich-PVC kälteelastisch, Phosphorsäureester kommen zum Beispiel als Flammschutzmittel, aber auch als Hydraulikflüssigkeit (!) zum Einsatz. Fettsäureester – im Prinzip entfernt mit Margarine verwandt – elastifizieren Kautschuk und Vinylharz-Fußbodenbeläge. Für manche Anwendungen greifen Kunststofftechniker auch zu Zitronen- und Weinsäureestern.

Natürlich soll hier nicht verschwiegen werden, dass Weichmacher trotz ihrer segensreichen Auswirkungen auf die Kunststoff-

technik nicht nur Freunde haben. In jüngster Zeit sind bekanntlich die Phthalate in den Verdacht geraten, gesundheitsschädlich zu wirken; die Vorwürfe sind noch nicht schlüssig belegt, trotzdem wird dem Verdacht derzeit natürlich nachgegangen. Zum Glück bedeutet die Diskussion – egal, wie sie ausgeht – nicht, dass nun gleich alle Weichmacher zu verdammen sind: Weichmacher ist nicht Weichmacher, wie längst nicht nur das Naturprodukt Kampfer zeigt.

Es gibt eine Alternative

Denn tatsächlich gibt es auch für die Phthalate inzwischen sehr brauchbare Alternativen – in Form einer Substanzfamilie, deren Mitglieder unter dem Namen „Alkylsulfonate“ in den Chemiebüchern stehen. Alkylsulfonate (z.B. $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{SO}_3\text{Na}$) sind schon länger als unbedenklich anerkannt und haben in vielen Ländern sogar eine lebensmittelrechtliche Zulassung. Spezielle Alkylsulfonate ersetzen die viel diskutierte Phthalate mit Erfolg bereits in Puppen und Spielfiguren, in Handschuhen und Folien für Wasserbetten und kommen in Dichtmassen für den Bau ebenso zum Einsatz wie in Schwimmreifen oder „Gummistiefeln“. Dabei helfen dem Material noch eine Reihe weiterer Vorteile wie zum Beispiel die Tatsache, dass es von Wind, Wetter und Wasser anders als viele andere Weichmacher so gut wie nicht angegriffen wird und zu Produkten führt, die gut bedruckt werden können – nicht nur für das bunte Kinderplanschbecken aus PVC-Folie eine wichtige Voraussetzung.

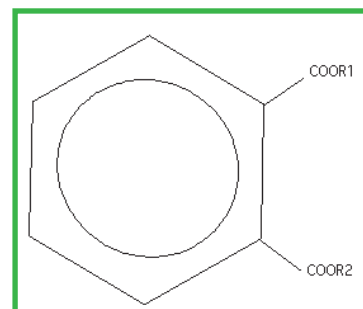


Abbildung 3: Unter Phthalaten werden im Allgemeinen die Di-Ester der o-Phthalsäure verstanden. Zwei wichtige Phthalate sind DEP (Diethylphthalat): R1 und R2 = C_2H_5 und DBP (Dibutylphthalat): R1 und R2 = C_4H_9

Abbildung 4:
Nicht nur die Kunststoffindustrie setzt auf Weichmacher – auch Mutter Natur kommt nicht ohne aus. Muskelfasern – die letztlich auch, ähnlich wie Kunststoffe, aus Kettenmolekülen aufgebaut sind – enthalten wie moderne polymere Werkstoffe Weichmacher, Wasser und Fettmoleküle (Foto: Bayer AG).



Auch die Natur kennt Weichmacher

Die elastifizierenden Chemikalien aus den Kolben und Tiegeln der chemischen Industrie sind natürlich nicht die einzigen, die die Welt kennt. Da auch die Natur zum Teil aus polymeren Werkstoffen aufgebaut ist, benötigt sie natürlich auch Stoffe, die diese Polymere flexibel halten: Proteine, das Erbmolekül DNS, Stärke und Holz und sogar Steine (!) bestehen im Prinzip aus langen und zum Teil sogar räumlich vernetzten Kettenmolekülen. In den meisten Fällen greift die Natur zu Wasser als Weichmacher. So wären Naturfasern wie Seide, Wolle oder Baumwolle ohne gewisse Wasseranteile brüchig; auch Muskelfasern (Abbildung 4) enthalten mehr Wasser, als aus biochemischen Gründen nötig wäre: der Überschuss hält die Muskelproteine geschmeidig. Im Alter geht der Wassergehalt übrigens zurück; der Weichmacherjob wird dann zum Teil durch Fette übernommen und mehr oder weniger gut erledigt.

Selbst Quarz wird durch Wasser erweicht: So enthält harter Naturquarz nur 0,01 Prozent Wasser, künstlicher Quarz aus technischen Gründen hingegen rund zehn Mal

mehr. Dadurch kann man das künstliche Material bei für Minerale lauschigen 400 Grad Celsius fast wie Gips verformen, während „trockener“ Naturquarz bis zu einer Temperatur von 1000 Grad buchstäblich steinhart bleibt.

Dieses Beispiel zeigt übrigens auch, dass der Einsatz von Weichmachern in der Technik nicht unbedingt auf Kunststoffe beschränkt ist. Wer zum Beispiel einmal tiefer über den geschwungenen Griff seines Regenschirms nachgedacht hat, der ahnt, dass es auch hier irgendeine Methode geben muss, um Holz plastisch zu machen. Tatsächlich kann man zum Weichmachen des Holzes heißen Wasserdampf verwenden; flüssiges Ammoniak, kombiniert mit organischen Lösemitteln wie Polyethylenglycol, Dimethylsulfoxid oder Tetrahydrofuran verrichtet den Job aber noch besser – mit dieser Rezeptur kann man sogar Knoten in Spazierstöcke machen. Nach dem Verdampfen des Ammoniaks verhält sich das

Holz dann wieder so, als wäre es frisch vom Busch geschnitten.

Hyatts Erfindung hat uns also vor über einem Jahrhundert die Kunststoffe beschert. Da wundert es natürlich nicht, dass sich inzwischen auch Angehörige eines Berufsstands, der sich sonst eher mit der Erhaltung antiker Farben beschäftigt, den Kopf über Weichmacherprobleme zerbrechen müssen: So kämpfen Restauratoren zum Beispiel um die Erhaltung der Weltraumanzüge, die die Apollo-Astronauten auf den Mond und unbeschadet zurück gebracht haben. Sie enthielten PVC-Schläuche, die mit einem Phthalat elastifiziert wurden; nach über 30 Jahren im Museum ist diese Flüssigkeit jedoch – Stichwort „wandernde Weichmacher“ – aus dem Polymer herausdiffundiert und hat die Versorgungsschläuche brüchig werden lassen. Damit entpuppen sich die ehemaligen Hightech-Anzüge als weniger haltbar als jahrhundertalte Ritter-Harnische!

Notfallchemie:

Irrtümlich hochexplosives Nitroglycerin hergestellt

Günter Sorbe, Hürth

Eine Notfallsituation in der Landwirtschaftskammer in Bonn war am 26. April 2002 gegeben, die handelnden Personen sind uns aber schon aus dem Beitrag „Notfallchemie: Peroxide – Nein danke!“ (CLB, Heft 11/2001, M85) bekannt. Auch in diesem Fall wurde aus Unachtsamkeit eine hochexplosive Chemikalie hergestellt, nämlich Nitroglycerin. Wie konnte das geschehen?

Eine Laborantin hatte die Aufgabe, Rohglycerinproben zu analysieren, eine Routinearbeit in diesem Labor. Doch sie versetzte die zehn Reagenzglas-Proben anstelle von Schwefelsäure mit Salpetersäure. Die Proben blieben über Nacht

unbearbeitet stehen. Am nächsten Tag muss der Laborantin der Fehler aufgefallen sein. Sie „beichtete“ ihrem Chef, was geschehen war.

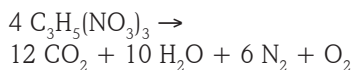
Der Chemiker erkannte sofort die heikle Situation, lässt die 100 Mitarbeiter umgehend aus dem Gebäude evakuieren und alarmiert die Bonner Feuerwehr. Zur Unterstützung zieht diese den Kampfmittelräumdienst und Sprengstoffexperten hinzu. Es werden Proben aus den Reagenzgläsern gezogen mit dem Ergebnis, dass in drei der zehn Reagenzgläser Nitroglycerin entstanden ist, insgesamt etwa 30 Gramm. Diese Menge hätte ausgereicht, um das ganze Labor und zahlreiche Scheiben in unmittelbarer Nähe zu zerstören und anwesende Mitarbeiter gefährlich zu verletzen.

Lösungen zu Seite M71:

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

Die vor Ort anwesenden Fachleute erkennen die Gefährlichkeit der Lage und lassen das Gebäude und die Parkplätze im Umkreis von 100 Metern evakuieren, die Straßen werden weiträumig abgesperrt. Dann werden unter größten Sicherheits- und Vorsichtsmaßnahmen die Reagenzgläser aus dem Labor in eine Grube auf dem Rasen in Gebäudenähe getragen. Nach vier Stunden konnte die hochexplosive Mischung kontrolliert gesprengt werden. Der Knall war so stark, dass ein ungläubiger Radfahrer, der einem Polizisten den Grund für die Absperrung nicht abnehmen wollte, vom Rad fiel, sich aufraffte und entsetzt davonfuhr. Der verbleibende Krater wurde nach der Explosion dem erstaunten Publikum im Fernsehen vorgeführt.

Doch warum ist Nitroglycerin so gefährlich? Nitroglycerin, der Trisalpetersäureester des Glycerins (fachsprachlich: Glycerintrinitrat) ist ein explosives Öl, das gegen Schlag, Stoß und gegen Erhitzen empfindlich ist. Diese explosive Zersetzung tritt nach folgender Gleichung ein:



Reines Nitroglycerin wird nach Gefahrstoffverordnung mit den Gefahrensymbolen E = Explosionsgefährlich, T+ = Sehr giftig und N = Umweltgefährlich gekennzeichnet.

Die R-Sätze lauten:

- R 3 Durch Schlag, Reibung, Feuer oder andere Zündquellen besonders explosionsgefährlich
- R 26/27/28 Sehr giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut
- R 33 Gefahr kumulativer Wirkungen
- R 51/53 Giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben

Die S-Sätze lauten:

- S (1/2) (Unter Verschluss und für Kinder unzugänglich aufbewahren)
- S 33 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen
- S 35 Abfälle und Behälter müssen in gesicherter Weise beseitigt werden
- S 36/37 Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzkleidung tragen
- S 45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen)
- S 61 Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen / Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen

Nitroglycerin ist sehr giftig und wird sehr leicht durch die Haut aufgenommen. Es kommt zu allgemeinen Körperschmerzen, Lähmungserscheinungen und einer

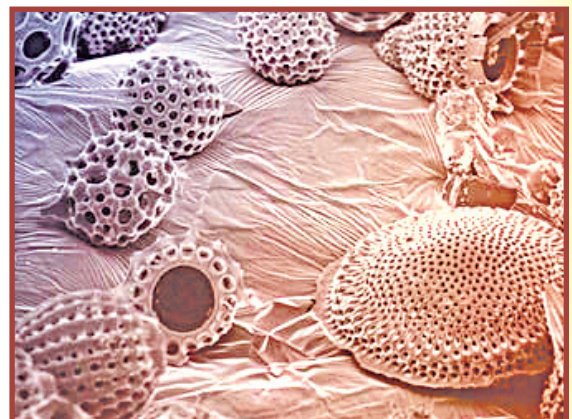
Verfärbung der Haut. Nach Verlangsamung der Herz Tätigkeit kann eine schwere Vergiftung zum Tode führen. Chronische Schäden sind jedoch nicht bekannt. In sehr kleinen Dosen wirkt Nitroglycerin als Vasodilatator (gefäßerweiterndes Arzneimittel) und ist als Coronarmittel in zahlreichen Handelspräparaten enthalten. Nitroglycerin wurde erstmals von dem Turiner Chemiker Sobrero im Jahre 1846 hergestellt. Seitdem ist Nitroglycerin einer der wichtigsten Bestandteile von Sprengstoffen, Treibmitteln und Raketentreibstoffen. Zur leichteren Handhabung wird Nitroglycerin mit Stabilisatoren, Füllstoffen und leichter zu handhabenden Explosivstoffen gemischt.

Dieser Vorfall zeigt, dass auch erfahrenen Mitarbeitern Fehler unterlaufen können. Positiv zu bewerten ist, dass die Mitarbeiterin beim Bemerkten des Fehlers nicht eigenmächtig gehandelt hat, sondern ihren Vorgesetzten über das Missgeschick informiert hat. Dieser hat sofort die Sicherheitskräfte alarmiert, die schon aus dem Vorfall vom September 2001 über ausreichende Erfahrung im Umgang mit „Missgeschicken“ hatten. Welche Lehren sind aus diesem Vorfall zu ziehen? Zumindest diese, dass alle Arbeitsvorschriften und die dazu benötigten Chemikalien überprüft werden sollten, ob sich eine Verwechslungsgefahr ergeben könnte. Im Zweifelsfall muss im Labor für jede Bestimmung eine eigene „Chemikalienbox“ eingeführt werden.

Elektronenmikroskopaufnahme von Diatomeenerde (Universität Bayreuth).

Vom Nitroglycerin zum Dynamit

Bis Mitte des 19. Jahrhunderts gab es kaum andere Sprengstoffe als das Schwarzpulver (Schießpulver). 1847 wurde das Nitroglycerin entdeckt, eine farblos-klare, ölige Flüssigkeit von etwa sieben Mal stärkerer Sprengwirkung als das Schwarzpulver. Alfred Nobel und seinem Vater Immanuel gelang ab 1864 als ersten die fabrikmäßige Produktion von Nitroglycerin. Da Nitroglycerin aber schon bei geringen Erschütterungen, Stößen oder Temperaturänderungen detoniert, waren Herstellung und Anwendung extrem gefährlich. Nobel suchte nach einer sicheren Anwendungsweise des Nitroglycerins. 1866 mischte er das flüssige Sprengöl mit Kieselgur, einem grauen, sehr saugfähigen Kalkpulver aus der Schale mikroskopischer, fossiler Meeresorganismen (Diatomeen). Die teigartige Masse war unempfindlich gegen Stöße und sogar Feuer. Nobel nannte seinen neuen Sicherheits-Sprengstoff „Dynamit“ (nach dem griechischen Wort für Kraft dynamis). In Stangenform gebracht, war dieser Sprengstoff universell einsetzbar.



Nachwachsende Rohstoffe, Teil 2: Schalentiere

Chitin aus der Krabbe

Chitin ist ein nachwachsender Rohstoff, der zum Beispiel in Form von Krabbenschalen in Deutschland in großen Mengen anfällt (mehr als 5000 Tonnen pro Jahr). In einigen Jahren könnten die Panzer der Schalentiere möglicherweise Zellulose ersetzen. Chitin bildet auch den Ausgangsstoff zur Herstellung von Chitosan, das unter anderem als Grundlage für Ionenaustauscher, Flockungs- und Verdickungsmittel aber auch zu pharmazeutischen Zwecken dient.

Chitosan entsteht durch Deacetylierung von Chitin. Da es sich beim Chitin und beim Chitosan um Biopolymere handelt, kommen beide Substanzen sowohl mit verschiedenen Molekulargewichten als auch mit unterschiedlicher Anzahl an Acetylgruppen vor. Es gibt keinen genau definierten Übergang zwischen Chitin und Chitosan. In der Regel wird aber von Chitosan gesprochen, wenn der Deacetylierungsgrad über 40 bis 50 Prozent liegt und die Verbindung in organischen Säuren löslich ist. Als weiteres Qualitätsmerkmal für Chitosan gilt das Molekulargewicht (M). Mittels dieses Kriteriums kann Chitosan in drei Bereiche gegliedert werden:

- niedermolekular: $M \approx 150\,000$ Dalton,
- mittelmolekular: $M \approx 400\,000$ Dalton,
- hochmolekular: $M \approx 600\,000$ Dalton.

Bild der Krabbe *Eriphia spinifrons* (Foto: Universität Konstanz).



Chemische Chitosan-Gewinnung

Ein chemisches Standard-Verfahren zur Gewinnung von Chitin aus Krabbenschalen und dessen Weiterverarbeitung zu Chitosan kann in folgende Verfahrensschritte gegliedert werden:

Ausgangsprodukt: Krabbenschalen

- Mahlen
- Deproteinierung: Extraktion mit verd. NaOH
- Demineralisierung: mit verd. HCl
- Entfärbung: zum Beispiel mit Oxidationsmitteln
- Deacetylierung: Erhitzen (110-115 °C) mit NaOH (40 - 50 %)
- Waschen: mit Wasser

Endprodukt: Chitosan

Enzymatische Chitosan-Gewinnung

Um am Institut für Umwelttechnik Eutec in Oldenburg Chitosan enzymatisch zu gewinnen, wird zunächst der mikrobielle Abbau von Crustaceen-Chitin im Meer untersucht. Dabei gilt die Forschung speziell den Enzymen, die Chitin über das Zwischenprodukt Chitosan abbauen. In diesem Abbauweg nimmt das Enzym Chitin-Deacetylase eine Schlüsselfunktion ein. Einerseits werden gezielt Reinkulturen chitinolytischer mariner Mikroorganismen gewonnen, und zum anderen die Enzym-codierenden Nucleotidsequenzen mit gentechnischen Mitteln direkt aus den Umweltproben kloniert (Zusammenarbeit mit der GBF, Braunschweig und der Fraunhofer Gesellschaft, Hannover). Hierbei kann die Gewinnung von Reinkulturen umgangen werden, mit dem potentiellen Vorteil, DNA-Sequenzen auch solcher Enzyme zu isolieren, die von nicht oder nur schwer kultivierbaren Organismen stammen. Die Chitin-Deacetylase ist interessant für den technischen Einsatz zur Herstellung von hochreinem Chitosan aus Chitin. Mit Hilfe von Chitosanasen kann

Chitosan mit definierter Kettenlänge auf schonende Weise hergestellt werden.

Chitosan-Anwendungen

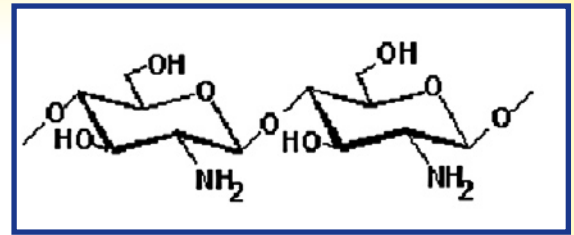
Chitosan adsorbiert Schwermetallionen wie Kupfer, Cadmium, Blei, Nickel oder Zink, nicht aber Magnesium-, Calcium-, Kalium- und Natrium-Ionen. Ionenaustauscher auf Chitosanbasis sind deswegen geeignet, aus natürlichen Gewässern (die Mg, Ca, Ka, Na enthalten) Schwermetalle zu entfernen. In einer Forschungsarbeit des Eutec zusammen mit der Carl-von-Ossietzky-Universität Oldenburg wurden außerdem Chitosanderivate hergestellt, die einzelne Schwermetalle vorrangig (selektiv) adsorbieren. Durch die Kombination mehrerer Ionenaustauscher mit verschiedenen Chitosanderivaten können aus dem Abwasser gezielt einzelne Schwermetallionen entfernt und wiedergewonnen werden.

Chitosan als Polykation ist ein bekanntes Flockungsmittel für Schwebstoffe. Diese Eigenschaft macht Chitosan sehr interessant für den Einsatz in der Abwasserbehandlung. Im allgemeinen wird das kommunale Schmutzwasser derzeit durch eine Kombination von mechanischen, physikalischen und chemischen Verfahren wie zum Beispiel Sedimentation, Filtration oder Flockung aufgereinigt. Das wichtigste Verfahren in der Abwassertechnik ist jedoch die biologische Stufe, in der sich das organische Material als Belebtschlamm absetzt. Chitosan kann hier die Funktion der Kläranlage unterstützen. Wenn es auf die Wasseroberfläche gestreut wird, saugt es beispielsweise Fette und Öle auf. Die anschließend auf dem Wasser gebildete Schleimschicht kann leicht entfernt werden. Die Chitosanfaser unterscheidet sich von anderen Fasern dadurch, dass sie eine positive ionische Aufladung hat. Diese positive Aufladung verleiht dem Chitosan die Fähigkeit, chemisch negativ aufgeladene Lipide und andere Stoffe an sich zu binden.

In den USA und in Australien ist Chitosan sogar als Mittel zur Gewichtsregulierung zugelassen. Die Chitosan-Faserstoffe können verhältnismäßig große Mengen von Gallensäure aus dem Verdauungstrakt aufnehmen und sich wie ein Schwamm damit anreichern. Fette, die mit der Nahrung aufgenommen und im Darm durch die Gallensäure emulgiert werden, werden an das mit Gallensäure angereicherte Chitin gebunden, mit dem sie eine gallertartige Masse bilden. Diese wird daraufhin mit dem normalen Stuhl als Abfall ausgeschieden. Es gibt Verfahren, Chitosan als Wundverband bei Knochen transplantationen als Alternative zu Acrylaten zu nutzen. Technisch

gesehen ist Chitosan eine in der Natur vorkommende Substanz, die chemisch der Zellulose – einer Pflanzenfaser – ähnelt. Im Gegensatz zu der vorzugsweise aus Bäumen gewonnenen Zellulose ist das Chitin noch reichlich vorhanden. Auf rund 100 Millionen Tonnen weltweit wird der nachwachsende Rohstoff allein aus Hummerhaut und Krabbenkruste geschätzt. Nicht eingerechnet sind hier die landlebenden Insekten, Kriechtiere oder Pilze, gleichfalls chitinbewehrt, doch produktionstechnisch noch kaum nutzbar.

In Japan gehört das Chitin – hinsichtlich alternativer Rohstoffe – seit Mitte der Neunziger zu den drei finanziell am stärksten



unterstützten Forschungsgebieten. In den USA gründeten sich in den letzten drei Jahren mehr als hundert Firmen, die ihr Kapital mit Chitin und Chitosan mischen. In der Bundesrepublik werden seit einiger Zeit auch nicht mehr alle Krabbenschalen an die Fische verfüttert. In einer Halle der Büsumer Gesellschaft für Sicherheit und Recycling (GSR) arbeitet bereits eine Chitosan-Anlage. MB

Eine Formel-einheit des Biopolymers Chitosan (Abbildung: Fachhochschule Oldenburg).

Fragen zu Grundlagen der Chemie

- Geben Sie die Gleichung für die Reaktion der Elemente Wasserstoff und Brom an.
 - $\text{H}_2 + \text{Br}_2 \rightarrow 2 \text{HBr}$
 - $\text{H} + \text{Br} \rightarrow \text{HBr}$
 - $\text{H}_2 + 2 \text{Br}_2 \rightarrow 2 \text{HBr}_2$
 - $\text{H}_2 + \text{Br}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{Br}_2$
 - $\text{H}_2 + 2 \text{Br} \rightarrow 2 \text{HBr}$
- Welche Namen sind für das Reaktionsprodukt falsch?
 - Hydrogenbromit
 - Bromhydrid
 - Wasserstoffbromid
 - Hydrogenbromid
 - Bromwasserstoff
- Berechnen Sie die Molare Masse von Harnstoff (Summenformel $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$).
 - $n = 60,06 \text{ mol}$
 - $m = 60,06 \text{ g}$
 - $M = 60,06 \text{ g/mol}$
- Die Avogadro-Konstante N_A ist
 - die Stoffmenge
 - die Teilchenzahl pro Mol
 - die Molare Masse
- Die Vorsilbe Giga bedeutet
 - 10^{12}
 - 10^9
- Die Vorsilbe Nano bedeutet
 - 10^{12}
 - 10^9
 - 10^6
 - 10^3
- Wie kann man „1 000 000 Gramm“ kürzer schreiben?
 - 10^{12} g
 - 10^6 g
 - 1 mg
 - 1 Mg
- Nach dem internationalen SI-Einheiten-System gilt für die Basisgröße Temperatur folgendes Zeichen für die Abkürzung der Basiseinheit:
 - T
 - $^\circ\text{C}$
 - K
 - $^\circ\text{F}$
- Das Dalton
 - entspricht der atomaren Masseneinheit u.
 - beträgt $1,66 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$.
 - ist eine nach dem englischen Naturforscher John Dalton benannte Masseneinheit, die insbesondere in der Biochemie gebräuchlich ist.
- Die universelle Gaskonstante R entspricht
 - $p \cdot V / n \cdot T$
 - $6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
 - $p \cdot V \cdot n \cdot T$
 - $0,083 \text{ L} \cdot \text{bar} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$
- Welches Gas bildet sich aus Stickstoff bei hohen Temperaturen bei allen mit Luft ablaufenden Verbrennungsvorgängen?
 - N_2O_3
 - NO_2
 - N_2O
 - NO
 - N
- Welches Gas entsteht bei den Verbrennungsvorgängen durch Oxidation des in fossilen Brennstoffen (in Form organischer Schwefelverbindungen) enthaltenen Schwefels?
 - H_2SO_4
 - H_2S
 - SO_2
 - S_2O_3

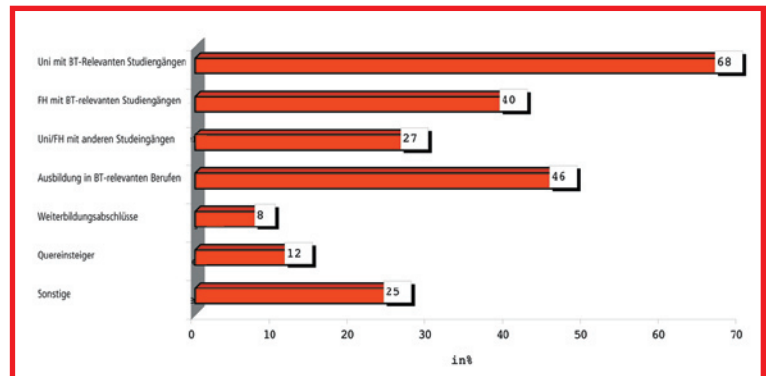
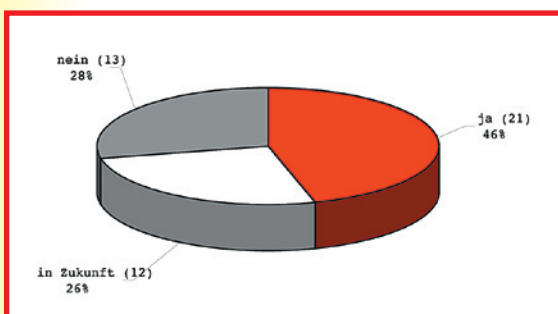
Biotechnologie-Branche fordert Erweiterung der Ausbildungsinhalte Chemielaboranten mit Genetikkennnissen

Laut einer Studie des Kompetenzzentrums für Informations-, Kommunikations- und Biotechnologie (K.I.K.) suchen 46 Prozent aller Unternehmen in der Biotechnologie- (BT) Branche aktuell Arbeitskräfte. Die neu zu konzipierende Ausbildung „Chemisch-Technischer-Assistent mit Schwerpunkt Biochemie“ stößt bei fast 70 Prozent aller befragten Firmen auf große bis sehr große Zustimmung. Der neu gestaltete Ausbildungsberuf „Chemielaborant mit Schwerpunkt Biotechnologie / Genetik / Biochemie“ kann bereits ab Herbst 2002 angeboten werden.

Die zukünftigen Mitarbeiter sollen besonders über Kompetenzen in den Bereichen Molekulargenetik, Diagnostik und Biochemie verfügen – fachübergreifende Qualifikationen werden wichtiger. Die entscheidenden Einsatzfelder für Mitarbeiter der befragten Unternehmen liegen in den Bereichen „Forschung und Entwicklung“, „Service“ und „Marketing“.

Insgesamt wurden 110 Biotechnologie-(BT-)Unternehmen aus dem Regierungsbezirk Köln befragt. Der Rücklauf von 44,5 Prozent lässt eine Übertragbarkeit der Ergebnisse zu. Die meisten Unter-

Fast die Hälfte der befragten BT-Unternehmen benötigt aktuell Mitarbeiter. Bei 26 Prozent der Firmen besteht momentan kein konkreter Mangel. Sie erwarten jedoch in den kommenden drei Jahren Personalbedarf (Arbeitskräftebedarf der BT-Unternehmen in Prozent; Anzahl der Unternehmen in Klammern).



Universitätsabsolventen aus BT-relevanten Studiengängen (zum Beispiel Biologie, Chemie, Biochemie, Medizin, Bioinformatik) liegen in der Gunst der befragten BT-Unternehmen an erster Stelle (Gewünschte formale Qualifikation der Mitarbeiter in Prozent; Grafiken: KIK).

nehmen (44,9 Prozent) haben ihren wirtschaftlichen Schwerpunkt im Bereich der roten BT (Medizin / Pharma). Zur grünen (Pflanzen) BT rechnen sich 10,2 Prozent, zur grauen BT (Umwelt und Verfahrenstechnik) 6,1 Prozent. Die BT-Branche wird immer stärker von Zulieferern und Dienstleistern geprägt. Dafür steht die hohe Anzahl der Unternehmen aus „sonstigen Branchenbereichen“ (24,5 Prozent) und aus dem Bereich der Beratungs- und Finanzdienstleister (16,3 Prozent).

Laboranten vor Fachhochschulern

Die Hitliste der formalen Wunschqualifikationen führt der Universitätsabschluss an. Abschlüsse in BT-nahen Berufen liegen in der Gunst der befragten Unternehmen direkt dahinter und noch vor FH-Qualifikationen. Quereinsteiger und Absolventen von Weiterbildungslehrgängen sind weniger gefragt.

Flexibilität vor Berufserfahrung

Bei den fachlichen Qualifikationen dominieren deutlich Spezialkenntnisse aus den Feldern der BT, gefolgt von fachübergreifenden Qualifikationen, Softskills und EDV-Kenntnissen. Die Unter-

nehmen sind besonders an Mitarbeitern mit Kenntnissen in der allgemeinen Molekulargenetik und Diagnostik interessiert. Biochemische und bereichsübergreifende Kompetenzen (zum Beispiel Bioinformatik) werden ebenfalls nachgefragt. Zuverlässigkeit, Leistungsbereitschaft und Flexibilität haben als Softskills besondere Bedeutung. Die Unternehmen achten weniger auf Berufserfahrung und Fremdsprachenkenntnisse.

Neueinstellungen vor Überstunden

Die beliebtesten Strategien der befragten BT-Firmen zur Deckung des Arbeitskräftebedarfs sind: Fort- und Weiterbildung der Mitarbeiter, training-on-the-job-Maßnahmen und Neueinstellungen. Erschreckend hoch ist die Anzahl der Unternehmen (52,3 Prozent), die im Kampf gegen den Arbeitskräftebedarf zur externen Auftragsvergabe greifen (müssen). Über die Hälfte der BT-Unternehmen bildet nicht aus. Unter den Ausbildungsbetrieben (24 Prozent) befinden sich in der Mehrzahl Unternehmen aus dem Bereich der roten BT. Der Bekanntheitsgrad der Möglichkeit im Verbund auszubilden, ist gering: Nur ein Drittel der Unternehmen kennt diese Ausbildungsorganisation.

wertigen Chemikalien produzieren lassen.

Die CPC (Cellular Process Chemistry Systems GmbH, Mainz) stellt bereits die zweite Generation der in Serie gefertigten und standardisierten Mikroreaktionssysteme vor. Anwendungen liegen in der organischen Synthese. Sie eignen sich sowohl für die Anfangsphase des Forschungs- und Entwicklungsprozesses als auch für weiterführende Stadien wie Scale-up, Herstellung größerer Versuchsmuster und die Prozessentwicklung.

Kontinuierliche Produktionsverfahren

Die „Mikrofabrik“ des IMM ist ebenfalls nach dem Baukastenprinzip konzipiert. Mikromischer, Wärmeüberträger und spezielle Module – jeweils nicht größer als ein Legostein – lassen sich beliebig kombinieren.

Zur Erprobung der Anlage wurde ein Batch-Verfahren ausgewählt und ein alternatives, kontinuierliches Produktionsverfahren auf Basis von Mikroreaktionstechnik entwickelt. Beim konventionellen Prozess werden zwei Reaktanden im gleichen Lösungsmittel gelöst, auf minus 30 Grad Celsius gekühlt und in einem Rührkessel vermischt, wobei der Mischprozess der Reaktanden sich kritisch auf Ausbeute und Bildung von Nebenprodukten auswirkt.

Auf der Grundlage ihrer Untersuchungen entwickelten die Ingenieure des IMM einen Mikroaufbau für Durchsätze von zehn Litern pro Stunde, bestehend aus Mischer, Strömungsrohr und Wasserbad. Statt der 65 Prozent im Batch-Verfahren erzielten sie eine Ausbeute von etwa 90 Prozent.

Eine größere Material-Palette

Neue Mikrostrukturierungsverfahren heben die Beschränkung auf Silicium als Modul-Werkstoff auf. Die Erweiterung der Materialpalette eröffnen vollkommen neue Anwendungsfelder. Mit der LIGA-Technik (Lithographie, Galvanoformung und Abformung) bei-

spielsweise ist eine Mikrofertigung von Kunststoffen, Metallen, Metalllegierungen und keramischem Material möglich. Das wiederum ist für die Mikroreaktionstechnik von Bedeutung, wenn es um die Durchführung von Prozessen mit Chemikalien geht, die gewisse Reaktor-Materialien angreifen.

In Kooperation mit der BASF wurde im IMM ein integrierter Mikroreaktor aus Spezialstahl für stark korrosive Medien realisiert. Aber auch Reaktionen mit hochkonzentrierten Säuren oder Gasphasenprozesse bei hohen Temperaturen können in entsprechendem Modulmaterial durchgeführt werden.

Mikroglas (Bartels Mikrotechnik GmbH, Dortmund) ist der Vorreiter für die Integration der Glastechnologie in die Mikrotechnik. Das von dieser Firma entwickelte Mikroreaktionssystem ist mit sämtlicher Mess-, Steuer- und Regeltechnik ausgestattet. Der einzige Unterschied zu einer Großproduktionsstätte besteht in der Größe.

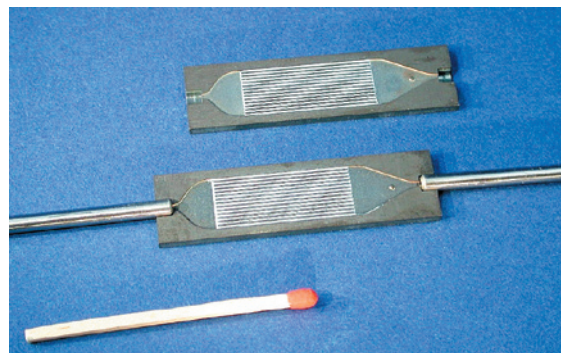
Als Energieversorger im Kleinleistungsbereich kann eine Mikrobrennstoffzelle dienen. Die Brennstoffzelle erzeugt Strom durch die Reaktion von Wasserstoff und Sauerstoff mit elektrischen Wirkungsgraden von über 50 Prozent. Als Brennstoff kann neben reinem Wasserstoff auch flüssiges Methanol zur Direktverbrennung eingesetzt werden.

Das Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme ISE entwickelte in Kooperation mit dem IMM eine Mikrobrennstoffzelle mit 250 Milliwatt Leistung.

Leider gibt es bisher kaum einheitliche Mikroreaktionssysteme auf dem Markt, was die Verwendung von Modulen verschiedener Firmen zumeist ausschließt. Hier will nun FAMOS eingreifen – die „Fraunhofer-Allianz Modulare Mikroreaktionssysteme“ (siehe CLB 4/2002, S. 152).

Ausblick

Obleich sich bereits seit etwa zehn Jahren Institute und auch



Mikrostrukturierter Katalysatorträger für einen Test-Reaktor zur Propan-Wasserdampf Reformierung (Foto: IMM).

Firmen mit Mikroreaktoren beschäftigen, ist die Mikroreaktionstechnik – von wenigen Ausnahmen abgesehen – noch nicht in der chemischen Verfahrenstechnik etabliert. Es bestehen im Gegensatz zu Forschungs- und Entwicklungsabteilungen noch Anwendungshemmnisse.

Mit diesem Problem und der Frage nach dem wirtschaftlichen Potential der Mikroverfahrenstechnik befasst sich die internationale Marktstudie PAMIR (Potential and Applications of MicroReaction technology). Es handelt sich um ein gemeinsames Projekt des IMM und des in Lyon ansässigen Consulting-Unternehmens Yole Développement. 20 Forschungseinrichtungen und 70 Unternehmen in Europa, den USA und Japan wurden nach ihrer Einschätzung des Einsatzes der Mikroverfahrenstechnik zu Produktionszwecken befragt. Knapp 60 Prozent der befragten Unternehmen können sich vorstellen, innerhalb der nächsten fünf Jahre fertige Mikroreaktionskomponenten zu kaufen. Die Studie prognostiziert, dass schon ab 2005 Mikroreaktoren als Prozessanlagen in größerem Umfang für die industrielle Produktion eingesetzt werden.

Der Einsatz beschränkt sich also zunächst auf F & E beziehungsweise Prozessoptimierung. Dennoch wird für 2002 bereits ein Umsatz von rund 35 Millionen Euro prognostiziert. Konservative Schätzungen gehen von einer jährlichen Zuwachsrate von drei Prozent aus – das bedeutet noch einige Zeit eine Randstellung für die Fabrik im Westentaschenformat.

Hans-G. Winkler, Meyenfeld

Labors für spezielle Aufgaben 18

Was Knochenfunde erzählen – Paläopathologie erforscht Krankheit und Todesursache

Das kleine Kind hatte einen qualvollen Tod: Es litt an Anämie, durch Proteinmangel oder durch Parasiten verursacht, es litt an Skorbut, an chronischem Vitamin-C-Mangel und zudem noch an Rachitis, einem chronischen Vitamin-D-Mangel. So war das Immunsystem erheblich geschwächt, und es ist dadurch leichter zum Auftreten einer Mittelohrentzündung gekommen. Diese breitete sich aus, führte zu einem Schläfenlappenabszess des Großhirns, außerdem hat sich ein Eitersack unter der Hirnhaut gebildet. Außerdem hatte das drei bis vier Jahre alte Kind eine eitrige Entzündung von der Kieferhöhle aufsteigend über den Tränen-Nasengang bis in die Augenhöhle. Jede einzelne dieser Entzündungen für sich allein hätte zum Tode geführt, endgültige Todesursache war wahrscheinlich eine Thrombose in einer Hirnvene.

Dies waren die Untersuchungsergebnisse an einem Kinderskelett, das in Lidar, einer Provinzhauptstadt der Hurriter, ausgegraben wurde. Es stammt aus der Zeit um

1800 v. Chr., und trotz der langen Zeit, die seitdem vergangen ist, konnte man anhand der Befunde am Skelett den Krankheitsverlauf rekonstruieren. CLB sprach mit Professor Dr. Dr. Michael Schultz (Bild 1) vom Anatomischen Institut der Universität Göttingen über sein Arbeitsgebiet Paläopathologie und über die Möglichkeiten, an Knochenfunden aus der Frühzeit Krankheitsentstehung und -verlauf sowie Todesursachen zu diagnostizieren.

Schultz erzählt: „Dieses Kinderskelett ist ein gutes Beispiel, um sich die Ursachen und Verläufe von Krankheiten in der Vorzeit klarzumachen. Lidar liegt in der syrischen Tiefebene am Euphrat im östlichen Teil der heutigen Türkei und gehört zum mesopotamischen Einflussbereich. Es ist für diese sonnenreiche Region ungewöhnlich, dass das Kind an Rachitis litt, weil Vitamin D im Körper unter der Einwirkung von UV-Licht aus Vorstufen entstehen kann, ohne dass man es oral aufnimmt. Das Kind muss also schon primär irgendeine Krankheit gehabt haben, dass es zu dem Vitamin-D-Mangel gekommen ist, oder es war längere Zeit bettlägerig und hat im dunklen Zimmer gelegen. Der Vitamin-C-Mangel hat dazu geführt, dass es zu Blutungen unter die Knochenhaut an fast allen Langknochen des Körpers gekommen ist, aber auch in dem Inneren des Schädels. Man muss also, wenn man solche Skelette untersucht, nicht nur auf einen Befund achten, sondern die verschiedenen Krankheiten diagnostizieren und das Ganze im Zusammenhang sehen. Immer noch nur einer Krankheit zu suchen ist nicht zuverlässig, weil man dann leicht etwas übersieht.“

Wie kommt man darauf, an ausgegrabene Knochen Krankheiten

feststellen zu wollen? Schultz schildert seinen beruflichen Werdegang. „Ich habe mich schon als Jugendlicher für Archäologie und Biologie interessiert, habe dann parallel Medizin und Biologie studiert und später auch noch vor- und frühgeschichtliche Archäologie gehört. Darauf fußend habe ich mein Arbeitsgebiet aufgebaut. Mich hat die menschliche Vergangenheit immer fasziniert, vor allen Dingen Veränderungen, die im Zuge der Kulturgeschichte aufgetreten sind. Da stößt man zwangsläufig auch auf Krankheit und Tod, auf den Gesundheitszustand vergangener Populationen, und das ist das, was wir hier in der Arbeitsgruppe Paläopathologie betreiben.“

Man muß sich vorstellen: Archäologische Skelettfunde sind biohistorische Urkunden (Bild 2). Wenn man sie mit wissenschaftlichen Methoden untersucht, repräsentieren sie den Lebensweg, die Biographie eines Menschen, der vor Jahrhunderten oder gar Jahrtausenden gelebt hat. Wir untersuchen archäologische Skelettfunde makroskopisch, das heißt vom äußeren Erscheinungsbild her, wir röntgen, endoskopieren, behandeln also das Skelett so, wie man auch in der Klinik einen Patienten untersuchen würde. Später, nach der Dokumentation, entnehmen wir Proben, um sie licht- und rasterelektronenmikroskopisch zu untersuchen. Dadurch sind wir in der Lage, recht genaue Diagnosen zu erstellen. In Zusammenarbeit mit der Biochemie verwenden wir mittlerweile auch molekularbiologische Methoden, um ein Diagnosebild zu gewinnen.

Man kann am Skelett sehr viel mehr nachweisen als man herkömmlicherweise denkt. Man könnte laienhaft denken, dass man vielleicht Karies finden kann,

Bild 1:
Professor Dr. Dr.
Michael Schultz in
seinem Büro.



vielleicht auch Parodontose, eine Fraktur feststellen oder Gelenkverschleiß im Sinne von Arthrose beziehungsweise Arthritis. Tatsächlich aber ist ein Skelett sehr viel aussagefähiger, besonders wenn man die mikroskopische Methodik nutzt. Dann kann man chronische Herz-Kreislauf-Lungenkrankheiten, chronische Nierenkrankheiten, Hirnhautentzündungen, Rippenfellentzündungen, Arteriosklerose und dergleichen auch am archäologischen Knochen nachweisen. Auch die Mittelohrentzündung des kleinen Kindes aus Lidar ist so zu diagnostizieren, überhaupt Entzündungen, die sich im Inneren des Schädels abspielen.“

Wie habt ihr gelebt?

Wenn man nicht nur ein Skelett untersucht und festgestellt hat, was dieser Mensch im Laufe seines Lebens an Krankheiten mitgemacht hat, sondern vielleicht zwei- oder dreihundert, eine größere Zahl von Menschen, die alle in der selben Zeit gelebt haben, kann man die Lebensumstände dieser Population beschreiben. Wir können Ernährung, Wohn- und Arbeitsverhältnisse, sanitäre und hygienische Gegebenheiten sowie auch klimatische und geographische Faktoren rekonstruieren. Denn diese alle bedingen Krankheiten, umgekehrt gesagt: bestimmte Krankheiten lassen dann auf diese eben genannten Umweltfaktoren schließen.

Nun kann man sich klarmachen, dass aufgrund der Lebensbedingungen diese Krankheiten unterschiedlich häufig in verschiedenen Populationen vorgelegen haben können. Man ist sogar in der Lage, anhand der Krankheitshäufigkeit eine soziale Verteilung zu machen. Man sieht zum Beispiel, dass bei merowingischen Franken im frühen Mittelalter die entzündlichen Erkrankungen des Mittelohres sowie der Nebenhöhlen bei Angehörigen der Unterschicht vier- bis fünfmal häufiger sind als bei Angehörigen der Oberschicht.

Das ist logisch: Es ging den Leuten der Unterschicht deutlich schlechter. Noch bis zur Mitte des

20. Jahrhunderts konnte der reiche Bauer in seiner warmen Stube übernachten, und er hatte immer reichlich zu essen. Und wenn er krank war, hat er die nötige Fürsorge gehabt. Hingegen Knechte, Leibeigene haben außerhalb des Hauses in einem Schuppen geschlafen, wo es kalt war, wo der Wind durchzog. Sie hatten weniger gutes Essen, mussten mehr arbeiten, hatten weniger Schlaf, und all das musste dazu führen, dass sie häufiger erkrankten, weil das Immunsystem geschwächt war. Wenn sie dann krank wurden und eine zweite Krankheit dazukam, dann konnte aus einer solchen Mittelohr- oder Nebenhöhlenentzündung auch einmal eine Blutvergiftung entstehen, die damals fast immer tödlich verlief, denn ohne Antibiotika waren diese für uns heute banalen Erkrankungen damals durchaus lebensbedrohend.

Chemische Analytik

Auch mit klassischen chemischen Untersuchungsmethoden wird am Institut gearbeitet. Die archäologischen Knochenfunde können zum Beispiel mit der EDAX-Sonde geprüft werden. Mit dieser an ein Raster-Elektronenmikroskop gekoppelten Mikrosonde kann man Oberflächen von Knochen auf bestimmte Elemente untersuchen. Schultz erzählt: „An den assyrischen Skeletten von Nimrud konnten wir damit feststellen, dass die in einem Bronzegrab aufgefundenen Überreste einer jungen Königin mit einem Neugeborenen sehr stark grün verfärbt waren. Man weiß aus der Archäologie, dass diese grüne Verfärbung von Skelettfunden häufig von Kupferionen herkommt. Tatsächlich lag diese Königin mit ihrem Kind in einem bronzenen Sarg, so dass während der langen Liegezeit Kupferionen aus der Bronze in den Knochen diffundierten. Da Kupferionen bakterizid sind, haben sie die Zersetzung des Skelettes verhindert, und dadurch sind diese Skelettfunde exzellent erhalten.“

Bei einem anderen Skelett, das eine scheinbar natürliche Braun-



Bild 2: Skeletteile werden im Knochenlabor untersucht. Hier ein karolingisches Skelett aus Baunach nahe Bamberg.

färbung hatte, haben wir sehr viel Mangan festgestellt. Es war ein Skelett aus der Keltenpopulation von Manching. Dort kann man sich das gut erklären, weil in Manching auch heute noch Mangan im Tagebau abgebaut wird. Das ist eine reiche Lagerungsstätte, und es ist verständlich, dass daraus Mangan in die Skelette eindiffundiert. Es gibt auch noch weitere chemische und physikalische Untersuchungen an historischen Knochen speziell auf Spurenelemente, zum Beispiel können über stabile Isotope Ernährungsgewohnheiten und Wanderungsbewegungen verschiedener Bevölkerungsgruppen in der Vorzeit nachgewiesen werden.“

Stressindikatoren

Stressindikatoren sind meist auf Infektionskrankheiten oder Nahrungsmangel zurückzuführen. Sie manifestieren sich am Skelett, insbesondere dann, wenn ein Organismus sich im Aufbau befindet. Vorgänge, die während des Kindesalters ablaufen, bilden sich vorwiegend hier ab. Schultz: „Die Stressindikatoren hinterlassen Spuren. Wir können diese Veränderungen vielleicht nicht direkt einer Krankheit zuordnen, aber wir können sagen: Da war der Organismus geschwächt, entweder weil nicht genug Nahrung da war, oder weil er zugunsten der Gesundheit das Wachstum zurückgestellt hat. Denn in diesen Phasen wächst das Skelett nicht oder langsamer. Und das hinterlässt Spuren.“

Ein Beispiel: Im Kleinkindesalter, wenn die Zahnkronen der Dauer-

zähne angelegt werden, vom zweiten bis zum achten Jahr, würde bei einer Mangel- oder Krankheitssituation der Zahnschmelz in diesem Abschnitt minderwertig angelegt. Ist dann diese Mangelphase wieder vorbei, wächst der Zahn normal weiter. Er hat dann aber an dieser Stelle im Zahnschmelz eine Linie, an der der Schmelz unterentwickelt ist. Linien im Zahnschmelz können uns also Rückschlüsse geben auf irgendwelche Ereignisse in der Kindheit (Bild 3).

Ähnliches passiert auch mit dem Wachstum der Langknochen. Das Längenwachstum läuft in Knorpelfugen am oberen und unteren Ende eines Langknochens ab. Wenn die Ernährung unzureichend oder ein Kind mehrere Wochen lang ernsthaft krank ist, dann wird diese Knorpelfuge nicht weiter wandern, und das Wachstum steht still. Wenn die Krankheit oder der Nahrungsmangel überwunden ist, setzt das Wachstum wieder ein, und dann wird an dieser Stelle eine kalkdichte Linie gebildet, die man im Röntgenbild in der Regel noch beim Erwachsenen sieht. Man kann also sagen, je mehr Linien man findet, desto mehr

solcher Wachstumsstillstände hat dieser Mensch gehabt. Auch Knochenhautveränderungen an den Langknochen sind als Stressindikatoren zu erklären. Da ist irgendetwas gewesen. Man kann das makroskopisch oft nicht weiter diagnostizieren, ob es eine Knochenhautentzündung oder ein Bluterguß unter der Knochenhaut war, aber wir können sagen, hier hat ein Stresszustand vorgelegen.“

Opfertod oder Hinrichtung?

Schultz berichtet von einem spektakulären Fall aus seiner Arbeit: „Ich hatte die Möglichkeit, auf einer italienischen Grabung am Arslantepe in der Osttürkei, nahe am Euphrat, zu arbeiten. Der Arslantepe, zu deutsch Löwenhügel, ist seit der Steinzeit bewohnt. An dieser Stelle hat Marcella Frangipane, eine italienische Archäologin ein ungefähr 6000 Jahre altes Grab gefunden, das älteste Königsgrab der Menschheit. Man hat den Grabhügel aufgegraben und kam auf die abdeckende Steinplatte der Grabkammer. Auf dieser lagen vier Personen, ein Mädchen im Alter von 12 bis 14, zwei Frauen von ungefähr 14 bis 16 und 17 bis 18 Jahren, und ein Mann im Alter von 18 bis 19 Jahren. Also alle subadult, noch nicht erwachsen. Der junge Mann, und die älteste Frau trugen ein Diadem, alle vier hatten reichen Schmuck und zeichnen sich dadurch als Angehörige der Oberschicht aus. Aus der Lage der Skelette auf der Grababdeckung ging hervor, dass diese Leute offenbar hingerichtet wurden. Wir konnten einen Bluterguss am Schädel einer der Frauen sowie Rippenfrakturen bei einer der anderen Frauen nachweisen, und der Mann hatte Spuren eines Schädeltraumas. Das heißt, diese Leute sind zwei, drei Wochen vorher schwer malträtiert, wohl regelrecht gefoltert worden, und dann hat man sie auf der Platte getötet.

Was ist da abgelaufen? Wir haben im Grab Keramik, Waffen und Geräte zweier verschiedener



Bild 3: Dünnschliff durch einen Zahn. Hier sind die Schmelzmangellinien deutlich erkennbar, die zeigen, daß es im Kindesalter dieses Menschen mehrere Mangelphasen oder Krankheiten gegeben hat.

Kulturen gefunden, einmal aus der Kultur der alten Sumerer, aber auch transkaukasische Waren. Der König selbst ist relativ groß gewesen, die mesopotamische Bevölkerung ist dagegen in der Regel klein. Deshalb würde man in ihm eher einen Angehörigen der transkaukasischen Bevölkerungsgruppe sehen. Die Möglichkeit besteht, dass es nach dem Tode des Königs zu einer Revolution kam, beispielsweise ein General geputscht und den Thronfolger mit seiner Frau gefangen genommen hat. Möglicherweise hat er auch noch zwei weitere Verwandte auf dem Grab des Königs hingerichtet. Das wäre eine Deutung, die auch die Archäologen bevorzugen.“

Könnte man mit DNA-Analysen versuchen festzustellen, ob diese Personen miteinander verwandt waren? Schultz nickt: „Ja, das versuchen wir gerade in Kooperation mit französischen Kollegen. Bisher hatten wir aber kein Glück, weil diese Skelette fast 6000 Jahre alt sind und ihr Erhaltungszustand sehr schlecht ist. Aber die Verwandtschaft wird überprüft. Es ist sehr selten, dass man so einen Befund hat, wenn man als Paläo-

Bild 4: Herstellung eines Dünnschliffs. Das auf einen Objektträger aufgeklebte Knochenteil wird solange mit Schleifpapier und Poliermasse bearbeitet, bis es für das Mikroskop durchsichtig wird.



pathologe arbeitet wie ein heutiger Rechtsmediziner und festzustellen versucht, wer der Tote war und unter welchen Umständen er zu Tode gekommen ist. Auf diese Weise kann man manchmal Mordfälle aus vorgeschichtlicher Zeit interpretieren, vielleicht sogar aufklären (Bild 5).“

Die Leibwächterin des Pharaos

Eine ähnliche Geschichte weiß er auch über Arbeiten in Ägypten zu erzählen: „20 km südlich der großen Pyramiden von Gizeh, in Sakkara, nahe der Stufenpyramide des Djoser liegt die Pyramide des Pharaos Teti. Teti war der erste Pharaos der 6. Dynastie. Das datiert ungefähr so etwa 4300 Jahre vor unserer Zeit. Maneto, ein Priester, der in der ptolemäischen Zeit die Liste der ägyptischen Pharaonen aufgestellt hat, schreibt, dass Teti ermordet wurde, und zwar von seinen Leibwächtern. Wir haben nun neben der Teti-Pyramide die Gräber von einem Sohn des Pharaos und von einigen hohen Würdenträgern untersucht, unter anderem auch das Grab des Wesirs Hesi. Und was auf Hieroglyphentexten gefunden wurde, liest sich wie ein Krimi.“

Aus diesen Quellen geht nämlich hervor, dass der Wesir Hesi sich des Pharaos Teti entledigen wollte. Er hat wohl den Kommandeur der Leibwache bestochen, und der hat in seinem Auftrag Teti umgebracht. Teti's Sohn Pepi konnte mit königstreuen Beamten fliehen. Nach einem Jahr ist Pepi dann zurückgekommen und hat sich grausam gerächt, indem er offenbar nicht nur die Verantwortlichen umbringen ließ, sondern er hat diesen Leuten auch ihre bereits zu Lebzeiten gebauten Gräber weggenommen, so dass ihnen der Eintritt ins Jenseits verwehrt blieb. Das war für den Glauben der alten Ägypter die schlimmste Strafe. Nun wurde dort das Skelett einer Frau gefunden, die Merinepti hieß, und die mit etwa 40 Jahren gestorben ist. Dabei haben wir festgestellt, dass diese Merinepti eine weibliche „Bodygard“ von Teti war, seine

Leibwächterin. Ihr Name bedeutet, wörtlich übersetzt: „Die Göttinnen von Ober- und Unterägypten wünschen, dass Teti lebt“. Anhand des Gelenkverschleißes konnte man auf bestimmte Bewegungsmuster und dadurch auf bestimmte Tätigkeiten schließen. Es ergab sich: Diese Merinepti war gut trainiert und hatte einen entsprechenden Gelenkverschleiß im Schulter- und im Ellenbogengelenk.“

Evolution der Erreger

Am Institut arbeiten in der Gruppe von Prof. Schultz einige Techniker, ein Oberpräparator, eine Präparatorin, die zum Beispiel Knochendünnschliffe (Bild 4) und mikroskopische Präparate herstellen, die im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden. Sie machen auch die technischen Vorarbeiten für die Präparate. Eine wissenschaftliche Hilfskraft betreut die Röntgenaufnahmen und die Fotografie. Außerdem gibt es eine Reihe von Stipendiaten, teilweise aus dem Ausland kommend. Einige schreiben sogar hier ihre Doktorarbeit, dazu wird mit der Heimatuniversität eine Promotionsvereinbarung abgeschlossen.

Schultz erzählt: „Mit Drittmitteln hatte ich auch eine wissenschaftliche Mitarbeiterin, die hat ein Buch über Spuren von Mangelkrankungen aus der Steinzeit geschrieben. Unsere Arbeitsgruppe ist so ziemlich die einzige, die so etwas macht, nicht nur in Deutschland, sondern auch in Europa. Die Gruppe ist relativ groß, wir haben zur Zeit 14 Doktoranden. Es sind ja auch viele Projekte, die wir bearbeiten. Projekte in der heutigen Türkei, Jordanien, Ägypten, wir haben Skelettfunde aus Syrien, aus dem Libanon, dann vor allen Dingen aus Nordamerika, aber auch aus Mexiko, wo wir überall versuchen, die Ursachen und die Verbreitung von Krankheiten nachzuweisen, um so etwas wie eine Evolution der Krankheiten aufzuzeigen. Die Entwicklung der Krankheiten von der Zeit vor dem Neandertaler noch bis in die frühe Neuzeit und dann in verschiedenen

Gebieten, so dass man sagen kann, der Vordere Orient, Zentral- und Osteuropa und dann das südliche Nord- und Mittelamerika.“

Kann man Krankheiten diagnostizieren, die einer bestimmten Region zuzuordnen sind? Gibt es so etwas wie eine historische Entwicklung bestimmter Erkrankungen? Schultz bestätigt das: „Man kann feststellen, dass in der Steinzeit Hirnhautentzündungen ausgesprochen selten sind. In der Bronzezeit steigen sie bei Kindern auf 10 bis 20 Prozent, im Frühmittelalter haben wir 30 bis 70 Prozent und in der frühen Neuzeit bis zu 80 Prozent. So sieht man, dass die Hirnhautentzündung offenbar eine relativ neue Krankheit ist, die sich, seit der Mensch in den Städten eng zusammenwohnt, epidemisch verbreiten konnte.“

Dann die Tuberkulose. Da gibt es im Frühmittelalter nur ganz wenige Fälle. Richtig viele Erkrankungen haben wir erst in der frühen Neuzeit, besonders im 16. bis 17. Jahrhundert, noch vor der industriellen Revolution. Bisher vermutete man, daß sich die Tuberkulose erst durch die industrielle Revolution in Mitteleuropa sehr stark ausgebreitet hat. Aber wir können diesen Anstieg schon vorher nachweisen.

Ein anderes Beispiel ist die Syphilis. Eine bekannte Theorie sagt, dass die Syphilis von den Konquistadoren aus Amerika in die Alte Welt gebracht wurde. Wobei man dabei aber unterscheiden muss: Syphilis ist ja nur eine Form der treponemen Erkrankung. Es gibt

Bild 5: Hier ist die Todesursache auch für den Laien offensichtlich: Dieser germanische Krieger starb an einem Schwertstich, der ein großes Knochenstück aus dem Schädel herauschlug.



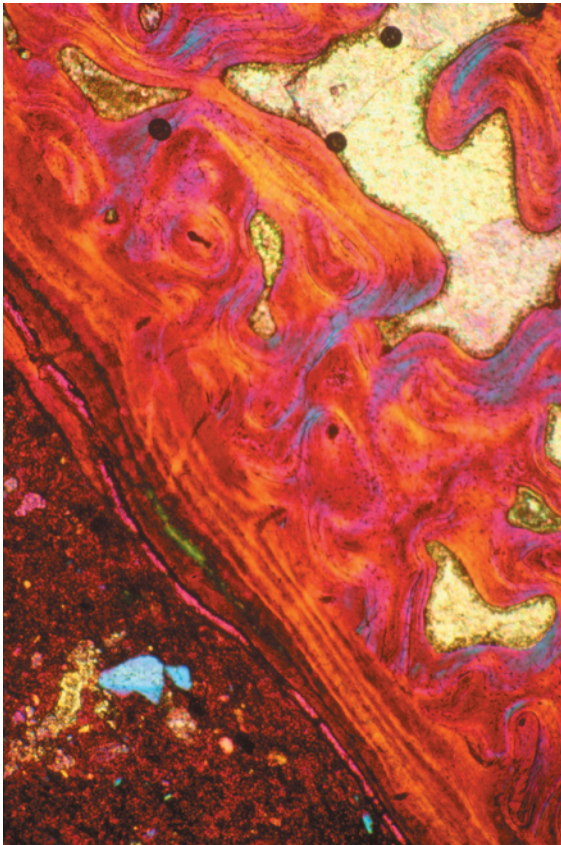


Bild 6: Knochendünnschliff aus dem Wirbelkörper eines ca. 140 bis 150 Millionen Jahre alten Sauriers. Die kleinen Kavernen sind die Spuren eines langsam wachsenden Tumors. (Bilder 3 und 6: Schultz; restliche Bilder: Martin).

drei Krankheitsgruppen, einmal die über den Geschlechtsverkehr übertragene venerische Syphilis, dann die endemische Syphilis und dann noch die Frambösie. Und man kann in der Alten Welt an vielen Stellen die endemische Syphilis nachweisen.“

Da liegt dann die Frage nahe, ob denn auch Aids an alten Skeletten nachzuweisen ist. Schultz schüttelt den Kopf: „Das kann man nicht am Knochen nachweisen. Sie können die Folgen von Sekundärerkrank-

kungen nachweisen, die Spuren, aber Aids selbst nicht. Vor einigen Jahren glaubte man, an Pavianmumien im Britischen Museum, die aus dem alten Ägypten kamen, HIV-Viren nachweisen zu können. Tatsächlich hat sich das aber wohl nicht bewahrheitet.

Lassa-Fieber und Ebola scheinen neu zu sein. Es sind Krankheiten, die innerhalb von zwei, drei Tagen unter ganz furchtbaren Qualen zum Tode führen, weil überall Blutungen auftreten, ein ganz starkes hämorrhagisches Fieber, und da blutet es praktisch überall. Wir haben aber in der Vorzeit in einer mitteleuropäischen Population ebenfalls die Spuren einer hämorrhagischen Krankheit gefunden. Das sieht auf den ersten Blick so aus, als ob wir da auch eine Ebola-Krankheit hätten, aber bei Ebola stirbt man nach wenigen Tagen, und man würde davon keine Spuren auf den Knochen finden.

Der älteste bekannte Tumor

Das heißt, man kann in der Vorzeit Krankheiten finden, die es heute in dieser Form nicht gibt. Offenbar hat sich die Virulenz der Erreger verändert. Vorher vielleicht harmlose Erreger, die heute gefährlich sind, oder umgekehrt. Außerdem hat sich ja nicht nur das Erregerspektrum und deren Virulenz verändert, sondern auch das Immunsystem des Menschen, und darum ist das, was wir hier machen, interessant

und wichtig für die heutige Lehre der Infektionskrankheiten. Die Medizingeschichte, die ähnliche Untersuchungen macht, kann sich nur an den schriftlichen Quellen orientieren, da kann man nur ein paar Jahrhunderte zurückgehen. Die Untersuchung von Knochen geht weit zurück bis zum Homo Erectus. Das ist sehr viel aussagefähiger, und vor allem: Die schriftlichen Überlieferungen sind ja oft subjektiv, gefälscht oder nicht korrekt, so dass man da auf eine falsche Spur geführt werden könnte.“

Wurden im Institut schon einmal sehr alte Knochen untersucht, zum Beispiel vom Neandertaler? Schultz: „Ja, wir haben die neuen Neandertalerfunde, die man vor drei Jahren gemacht hat, hier auch im Institut untersucht. Aber Neandertal ist ja gar nicht so alt, das sind nur etwa 40000 Jahre. Ich kann Ihnen da ein anderes Präparat zeigen, das wirklich alt ist, und zwar das Fragment eines Wirbelkörpers von einem 140 bis 150 Millionen Jahre alten Dinosaurier, und in diesem Wirbelkörper waren Hohlräume, die sich bei der mikroskopischen Untersuchung als die Spuren eines kavernösen Hämangioms des Wirbelkörpers entpuppten, also eines gutartigen, langsam wachsenden Tumors, der von den Blutgefäßen des Wirbelkörpers ausgeht (Bild 6). Das ist der bisher älteste Tumor, den wir kennen.“

Hans-Dietrich Martin, Köln



Es gibt noch Restbestände bisheriger CLB-Archivsysteme.

Wir bieten an (v.l.): Sammelschuber und Sammelmappen (mit Metallstab-Aufhängung der Hefte) für je 6 Euro sowie Einbanddecken (ohne Hefte, ohne Bindung; Komplettangebot auf Anfrage) für je 9 Euro (Preise incl. MWSt., plus Versandkosten). Bestellung bitte per Fax 06223-9707-41 oder per e-Mail an service@clb.de.

12. Euroanalysis in Dortmund Mikromethoden im Vordergrund



Prof. Ed Southern (rechts) erhält von Tagungsleiter Prof. Reiner Salzer die Urkunde zur FECS-Lecture.

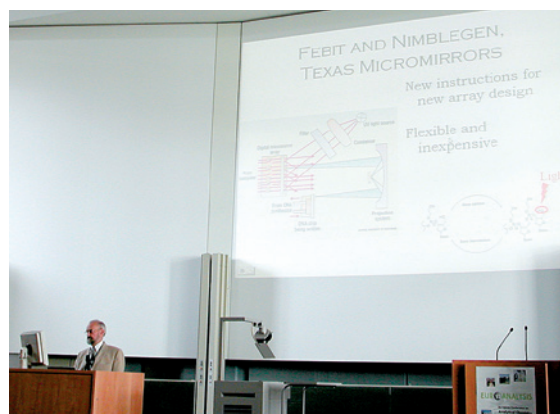
Biochemisch orientierte Analytik war ein besonderer Schwerpunkt der „12. Euroanalysis“ an der Universität Dortmund vom 8. bis 13. September.

Schon zwei der drei Einführungsvorträge des Treffens analytischer Chemiker aus ganz Europa, das von der analytischen Sektion der Föderation Europäischer Chemischer Gesellschaften (FECS) initiiert wurde, befassten sich mit diesem Bereich. Der zweite Einführungsvortrag „Extracting Information from Images by Chemometrics“ (Prof. Lutgarde Buydens, Holland) zeigte dann aber deutlich den Querschnittscharakter

der heutigen Analytik, die eben auch Bildanalytik und Fernspektroskopie von Satellitendaten zur Erkennung von Schwermetallbelastungen von Überflutungsgebieten bedeuten kann.

Der erste Vortrag war ein Höhepunkt der Tagung. Es handelte sich um die FECS Lecture 2002, und die betraf wiederum die Biochemie: Professor Ed Southern von der Universität Oxford, der nach eigenem Eingeständnis 1958 einen eher schlechten Abschluss in „normaler“ Chemie machte, ist heute ein viel geehrter Biochemiker. Er sprach zum Thema „DNA Microarrays: Small Chemistry, Big Biology“. Hier stellt er die von ihm entwickelten Techniken zur Gen-Analyse vor, die in vielen Forschungsvorhaben in der Biologie und Medizin Eingang fanden. Die FECS Lecture gilt als eine der höchsten europäischen wissenschaftlichen Auszeichnungen.

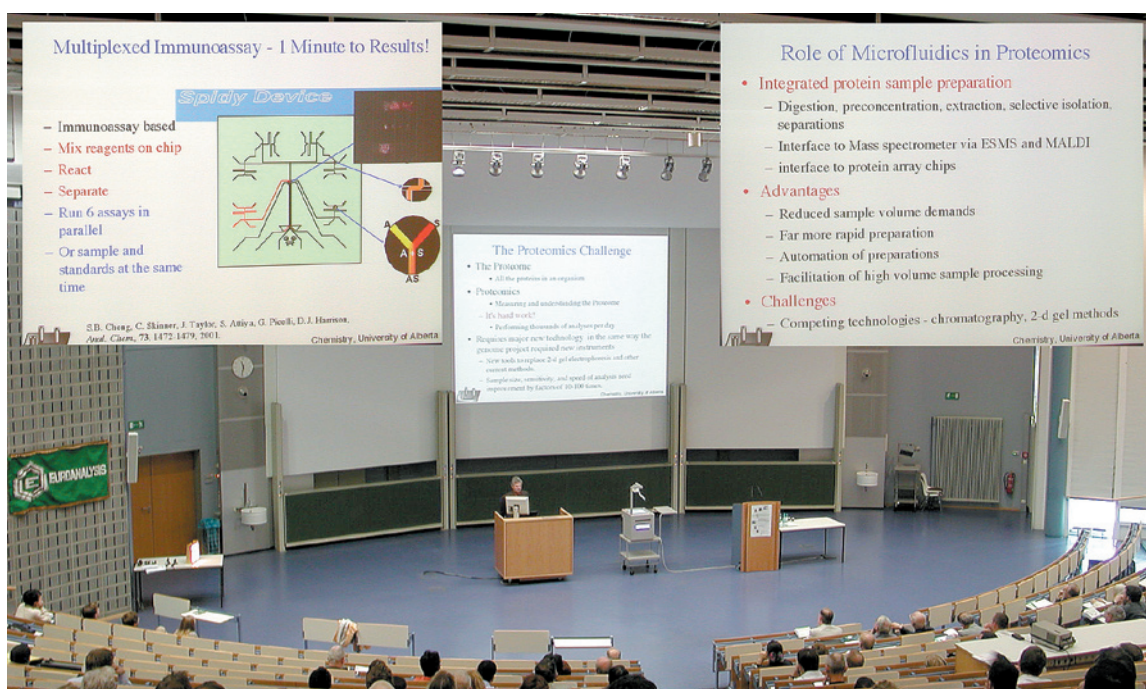
Den letzten Vortrag des Eröffnungs-Vormittags hielt dann D. Jed Harrison aus Kanada. Sein Thema „Microchip-based Biochemical and Biological Analysis in the 21st Century“ hatte als Focus Mikrofluidik-Methoden.



Eine national bedeutende Auszeichnung ist der Bunsen-Kirchhoff-Preis für analytische Spektroskopie. Er wird von dem in der GDCh beheimateten Deutschen Arbeitskreis für Angewandte Spektroskopie vergeben. Professor Dr. Jürgen Popp von der Universität Jena erhielt den Preis in Dortmund für seine Arbeiten zur Spektroskopie an Mikropartikeln.

Bei aller Bioanalytik: Das Programm war vielfältig. Beiträge aus allen Bereichen der analytischen Chemie wurden von Vertretern aus dem akademischen Bereich, aus Industrie und Behörden diskutiert. Dabei ging man neben Forschungs- und Entwicklungsthemen auch der Frage nach, wie man die Lehre und das Erlernen der analytischen Chemie noch interessanter gestalten kann, um mehr Studenten für das Fach Analytische Chemie zu begeistern. *RK*

Als fortschrittliche Biochiptechnik hinsichtlich Flexibilität und Kosten kennzeichnete Ed Southern die Entwicklung von programmbedingter Chip-Spezifizierung. An entsprechenden Geräten arbeitet u.a. die Mannheimer Firma Febit.



Dieses Bild mit den zusätzlich einmontierten Vortragsfolien rechts und links zeigt beispielhaft, wie die Miniaturisierung konventioneller chemischer Reaktionstechniken in den Bereich angestammter biochemischer Untersuchungsverfahren eintritt. Als Vorteil erscheint das Parallelisierungspotenzial der hier von Jed Harrison vorgestellten Mikrofluidik (Fotos: Kickuth).

50 Jahre Institut für Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie (ISAS) Jubiläumsveranstaltung auf der Euroanalysis XII

In der Zeit vom 8. bis 13. September 2002 fand an der Universität Dortmund die von der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) gemeinsam mit der Deutschen Bunsen-Gesellschaft für Physikalische Chemie, dem Institut für Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie (ISAS) und der Universität Dortmund organisierte Euroanalysis XII statt. Ein besonderer Höhepunkt dieser europäischen Tagung, die alle zwei Jahre Analytiker aus allen Fachbereichen zum Erfahrungsaustausch und wissenschaftlichen Dialog zusammenführt, war die Jubiläumsveranstaltung anlässlich des 50-jährigen Bestehens des Institutes für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie (ISAS).

Das seit nunmehr 50 Jahren bestehende Institut für Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie (ISAS), das in der Tradition von Bunsen und Kirchhoff die Synergien der interdisziplinären Zusammenarbeit von Physikern und Chemikern nutzt, genießt seit vielen Jahren einen hohen internationalen Ruf. Die Gründung des ISAS ist der Initiative des Dortmunder Physikers Prof. Dr. Heinrich Kaiser zu verdanken, der in einer Denkschrift aus dem Jahre 1951 die Notwendigkeit zur Gründung eines unabhängigen Forschungsinstitutes für moderne analytische Chemie mit physikalischen, vorwiegend spektroskopischen

Methoden postulierte. Ein Zitat aus dieser Denkschrift, das nichts von seiner Aktualität mit Blick auf die Bedeutung analytischer Ergebnisse für die Gesellschaft verloren hat, lautet: „Wir können es uns nicht leisten, unsere Produkte umständlicher, teurer, weniger oft und weniger genau zu prüfen als unsere Wettbewerber“. Vorausgegangen war ein Vortrag von Kaiser vor der Arbeitsgemeinschaft für Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen, der die Einsetzung einer Studienkommission zur Folge hatte, auf deren Vorschlag dann die Gesellschaft zur Förderung der Spektrochemie und Angewandten Spektroskopie e.V. am 30. Januar 1952 gegründet wurde. Noch im selben Jahr konnte das von dieser Gesellschaft getragene Institut unter Leitung von Prof. Kaiser seine Arbeit aufnehmen. Für das rasch wachsende Institut waren die zunächst geschaffenen Räume bald zu klein, so dass ein größeres Institutsgebäude errichtet werden musste, das im Jahre 1961 bezogen und 1970 um einen Lehr- und Verwaltungstrakt erweitert wurde.

Im Jahre 1980 erfolgte die Aufnahme des ISAS in die gemeinsame Förderung des Bundes und der Länder im Rahmen der Wissenschaftsgemeinschaft „Blaue Liste“ (WBL). Die Wiedervereinigung Deutschlands bedeutete auch für das ISAS eine Wende, denn 1992 wurde eine erfolgreiche Arbeitsgruppe des ehemaligen Zentralinstitutes für Optik und Spektroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR in Berlin-Adlershof dem ISAS angegliedert und als Institutsteil Berlin weitergeführt. Seither wird das Institut vom Bundesministerium für Bildung und Forschung gemeinsam mit dem Ministerium für Schule, Wissenschaft und Forschung des Landes NRW sowie der Senatsverwaltung für Wissenschaft, Forschung und Kultur



Initiator und Mitbegründer des ISAS:
Prof. Dr. Heinrich Kaiser (1907-1976).

des Landes Berlin gefördert. Der Institutsteil Berlin ist dabei voll in das Forschungsprogramm des ISAS integriert. Seit 1993 ist das Institut vertraglich mit der Universität Dortmund verbunden und ist Mitglied der Wissenschaftsgemeinschaft Gottfried Wilhelm Leibniz.

Die Schwerpunkte der multidisziplinären analytischen Grundlagenforschung haben sich naturgemäß im Laufe der Zeit gewandelt und wurden jeweils an den wissenschaftlichen und volkswirtschaftlichen Erfordernissen ausgerichtet. Die Kernkompetenzen des ISAS liegen in der Entwicklung spektroskopischer Methoden und Verfahren, einschließlich deren Validierung, und im Sinne eines zeitgemäßen und zukunftsorientierten Profils in der Verfahrensentwicklung für forschungs- und gesellschaftsbezogene Problemlösungen auf dem Gebiet der Material- und der Lebenswissenschaften. Dabei zielt ein besonderer Schwerpunkt auf die Miniaturisierung analytischer Verfahren für unterschiedlichste Zwecke im Bereich der Technik und der Medizin. Das ISAS hat sich in seiner Arbeit im Laufe der letzten Jahre bewusst auf die

Das Institutsgebäude in Dortmund.



spektroskopischen Arbeitsbereiche konzentriert, in denen es in der Analytik bereits führend ist oder in denen es zur Festigung seiner Stellung und des wissenschaftlichen Fortschritts neue Expertise hinzugewinnen will. Die wissenschaftliche Arbeit gliedert sich entsprechend den oben genannten Schwerpunkten in vier Projektbereiche:

- Spektroskopische Instrumente und Verfahren,
- Miniaturisierung von Analysensystemen,
- Materialanalytik, Life-Science-Analytik.

Der Institutsteil Dortmund umfasst neben wissenschaftlichen Infrastrukturgruppen fünf methodische Arbeitsgruppen mit jeweils zugeordnetem Gerätepark, die dem Zweck dienen, die im Institut verfügbaren, apparativ aufwändigen Methoden optimal zu nutzen und weiterzuentwickeln sowie den zum Betrieb erforderlichen Erfahrungsschatz zu mehren.

Die erfolgte Neuorientierung des ISAS wird insbesondere auch durch die Teilnahme an neuen Forschungsnetzwerken in Dortmund und Berlin belegt. Beispielsweise besteht das Ziel eines dieser Netzwerke darin, die Kombination von Biotechnologie und Mikrostrukturtechnik in der Region Östliches Ruhrgebiet voranzubringen. Das ISAS Berlin kooperiert seinerseits zum Beispiel mit einem interdisziplinären Forschungszentrum an der Universität Potsdam. Der wissenschaftliche Rang des ISAS lässt sich u.a. daran ablesen, dass im vergangenen Jahr 45 Vortrageinladungen an Wissenschaftler in Dortmund und Berlin zu internationalen Kongressen erfolgten. Dabei verdient die Einladung des Organisationskomitees der FACSS (Federation of Analytical Chemistry and Spectroscopy Societies), die aktuellen Forschungsarbeiten des ISAS auf der Jahrestagung in Detroit mit 14 Vorträgen geschlossen vorzustellen, der besonderen Erwähnung, da eine derartige

Einladung bisher noch nie an ein europäisches Forschungsinstitut gerichtet wurde. (Die FACSS-Tagung ist mit rund 1500 Teilnehmern die wichtigste internationale Fachtagung der Analytischen Spektroskopie!)

Durch seine vielfältigen Aktivitäten auf regionaler, überregionaler, nationaler und internationaler Ebene hat das ISAS eine beachtete Spitzenstellung erlangt. Neben der Beteiligung an den oben erwähnten Netzwerken bestehen zur Zeit 83 regionale und überregionale Kooperationen, davon 36 mit Partnern außerhalb von Nordrhein-Westfalen und Berlin. Die internationale Bedeutung wird auch aufgrund der derzeit bestehenden 69 wissenschaftlichen Kooperationen mit Universitäten und Forschungseinrichtungen sowohl im europäischen Raum als auch in Ägypten, Brasilien, Chile, China, Indien, Kanada, Russland und den USA eindrucksvoll belegt. Die Forschungsergebnisse zeitigen aber auch zunehmend wirtschaftliche Erfolge. An steigenden Umsätzen kleiner und mittelständischer Unternehmen, die auf Forschungsarbeiten des ISAS basierende Neuentwicklungen auf den Markt gebracht haben, lässt sich diese Entwicklung ablesen. So wurden im Jahre 2001 kumulierte Umsätze von 45 Millionen DM erzielt, wobei durch die Markteinführung weiterer Produkte die Tendenz steigend ist.

Aus Anlass des 50jährigen Bestehens des ISAS fand am 11. September 2002 in der Universität Dortmund die vielbeachtete Jubiläumsveranstaltung in Rahmen der Euroanalysis XII statt. Nach der Begrüßung durch den Institutsdirektor, Prof. Dr. Dr. h.c. Kay Niemax, und den Vorsitzenden des Vorstandes der Gesellschaft zur Förderung der Spektrochemie und Angewandten Spektroskopie e.V. als dem Trägerverein des ISAS, Dr. G. Prescher, überbrachten der Rektor der Universität Dortmund, Prof. Dr. E. Becker, der Oberbürgermeister der Stadt Dortmund,



Der Institutsteil in Berlin-Adlershof 1994.

Dr. G. Langemeyer, Staatssekretär H. Krebs, Ministerium für Schule, Wissenschaft und Forschung des Landes NRW, sowie Prof. Dr. I.V. Hertel für die Wissenschaftsgemeinschaft Gottfried-Wilhelm Leibniz anerkennende Grußworte und betonten die regionale, nationale sowie internationale Bedeutung des ISAS. Danach sprach zunächst Prof. G.M. Hieftje (Bloomington/IN, USA) über „Alternatives in Mass Analyzers for Plasma Source Mass Spectrometry“. Die weiteren Festvorträge hielten Prof. R. Zenobi (Zürich, CH) über „Molecular Diagnostics on the Nanometer Scale“ und Prof. J.M. Ramsey (Oak Ridge/TN, USA) über „Miniaturization of Chemical and Biochemical Experimentation: Smaller, Faster, Cheaper, and Better?“. Ein Empfang in den Räumen der Universität, bei dem in zwangloser Atmosphäre alte Bindungen gepflegt und neue Kontakte geknüpft werden konnten sowie die Gelegenheit zum informellen Erfahrungsaustausch genutzt wurde, schloss die dem Anlass angemessene Veranstaltung ab.

Prof. Karl Heinz Koch, Dortmund

Der Institutsteil in Berlin-Adlershof 2000.



Der Markt für Echtzeit-Thermocycler in den USA und Europa

Simultane Vermehrung und Analyse

Die Märkte für Real-Time-(Echtzeit-)Thermocycler können mit robustem Wachstum rechnen. Nach einer neuen Analyse der Unternehmensberatung Frost & Sullivan soll der Umsatz in den USA und Europa von insgesamt 252 Millionen US-Dollar im vergangenen Jahr 2001 auf knapp 776 Millionen US-Dollar in 2006 ansteigen. Während sich herkömmliche Thermocyclersysteme in einem fortgeschrittenen Marktstadium befinden, stehen Echtzeit-Thermocycler am Anfang des Produktlebenszyklus und bieten noch enormen Spielraum für Expansion und Diversifikation.

Mit ihrem breiten Anwendungsspektrum und ihren Vorteilen gegenüber der herkömmlichen Polymerase-Kettenreaktions-(PCR – Polymerase Chain Reaction) Technik soll die Echtzeit-PCR-Detektion die Analyse von Proben revolutionieren. Durch die simultan ablaufende Amplifizierung und Detektion der Nukleinsäuren wird die Zeit dafür drastisch (von von einigen Stunden auf wenige Minuten) verkürzt. Echtzeit-PCR-Systeme können so zu höheren

Durchsatzmengen, verstärkter Automatisierung und rentableren Versuchsreihen führen.

Größere Bandbreite an Zubehör

Daneben dürfte die Produktentwicklung zu einer größeren Bandbreite von Zubehör, verbesserter Multiplexfähigkeit und mehr Anwendungen mit Real-Time-Fluoreszenzdetektion führen. Mit Hilfe der Fluoreszenzmarkierung kann man den Fortgang der PCR-Reaktion in Echtzeit verfolgen. Der Anstieg der Fluoreszenzintensität hängt von der Anfangskopienzahl der Zielsequenz ab. Je mehr Kopien vorhanden sind, desto früher ist ein Anstieg der Fluoreszenzintensität zu beobachten. Dadurch wird eine quantitative Bestimmung der Kopienzahl des Zielgens in der Probe ermöglicht (siehe Abbildung). Profitieren wird der Markt für Echtzeit-Thermocycler auch von der zunehmenden Popularität von Mikroarrays, da beispielsweise Mikroarray-Ergebnisse mittels Echtzeit-PCR validiert werden.

Herkömmliche Thermocycler bergen noch Potenzial

Nach Annabel Entress, Research Analystin bei Frost & Sullivan, finden Echtzeit-Thermocycler zunehmend Anwendung in Landwirtschaft, Fischerei, Lebensmittelindustrie und Erdölchemie, besonders aber in der klinischen Diagnostik. Die Nachfrage dort hat mit der Einführung von Echtzeit-Thermocyclern zugenommen, weil diese ein höheres Maß an Genauigkeit, Spezifität und Reproduzierbarkeit garantieren als herkömmliche PCR-Methoden. Allerdings bietet auch der Markt für herkömmliche Thermocycler nach wie vor Chancen – trotz zunehmender Marktsättigung, fallender Preise und Rückzugs vieler Wettbewerber. Wegen ihrer niedrigeren Kosten und ihrer Eig-

nung für elementare Genanalysen werden diese Geräte nicht völlig aus den Labors verschwinden.

Verbesserte PCR-Software-Pakete können den Wert der Echtzeit-Instrumente weiter erhöhen und sollten deshalb keinesfalls vernachlässigt werden. Software und Support sind von großer Bedeutung für die Kaufentscheidung.

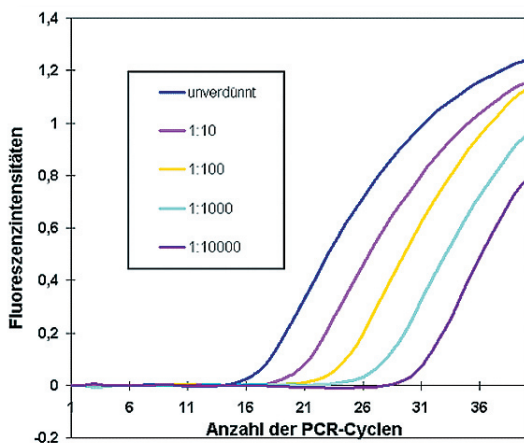
Früher Markteintritt entscheidend

Mit Applied Biosystems (ABI), Roche und Bio-Rad haben sich auch bei Echtzeit-Thermocyclern diejenigen großen Gerätehersteller die entscheidenden ersten Marktanteile und damit eine dominierende Position gesichert, die schon Marktführer bei herkömmlichen Thermocyclern sind. Ganz offensichtlich ist der frühe Markteintritt entscheidend für die Sicherung einer Kundenbasis, von der Wiederholungskäufe und die Abnahme verwandter Produkte und Verbrauchsgüter (Consumables) erwartet werden können.

Wettbewerb wird zunehmen

Gleichzeitig bauen kleinere Unternehmen wie Techne UK, Brinkmann Eppendorf und MJ Research mit innovativen Produktportfolios, erfolgreichem Marketing und der frühen Markteinführung hochwertiger Technik ihre Position aus. Weitere erfolgreiche kleinere Unternehmen sind Corbett Research und Cepheid. Mit der Einführung neuer Produkte in diesem Jahr wird sich der Wettbewerb verschärfen. Dieser Umstand und sinkende Preise werden die Marktbedingungen in den nächsten beiden Jahren schwieriger werden lassen. Einige Produkte dürften deshalb ihren Einsatz eher in Bereichen mit stärkerem Nischencharakter finden, die weniger umkämpft sind als die Mainstream-Bereiche Diagnostik und Forschung.

Quantitative Bestimmung von DNA-Fragmenten mit der Real-Time PCR (Abbildung: Bayerisches Landesamt für Umweltschutz).



GDCh-Statistik 2001 zeigt:

Arbeitsmarkt für Chemiker weiter günstig

Wie jedes Jahr hat die Gesellschaft Deutscher Chemiker auch 2001 statistische Daten zu den Chemiestudiengängen erhoben. Die Zahl der Studienanfänger hat sich im Jahr 2001 gegenüber den Vorjahren kräftig erhöht. Die Anzahl der Diplom- und Promotionsprüfungen ist erwartungsgemäß erneut zurückgegangen – ein Trend, der sich für die Promotionen in den kommenden Jahren fortsetzen wird. Die Arbeitsmarktsituation für Absolventen der Chemiestudiengänge war im vergangenen Jahr günstig.

Im Jahr 2001 begannen 4924 Anfänger ihr Chemie-Studium, davon 385 in einem Bachelor-Studiengang. Die Zahl der Studienanfänger (Abbildung 1) erhöhte sich damit erneut deutlich gegenüber dem Vorjahr (3813). Der Anteil weiblicher Studienanfänger in der Chemie lag wie im Vorjahr bei 46 Prozent, der Anteil der ausländischen Studenten bei 13 Prozent. Die Gesamtzahl der Chemiestudierenden betrug 22451 Studenten, die der Doktoranden an Chemiefachbereichen 5457. Die durchschnittliche Studiendauer bis zum Diplom einschließlich der Diplomarbeit betrug 12,4

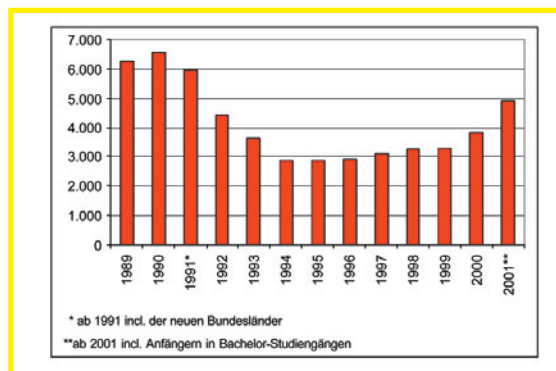


Abbildung 1:
Studienanfänger/
innen Diplom-
Chemie (Abbil-
dungen: GDCh).

Semester, bis zur Promotion 19,6 Semester. Die Medianwerte lagen bei 11,3 und 18,6 Semester. (Der Medianwert, gibt an, im wievielten Semester 50 Prozent der Studierenden die Prüfung abgelegt haben. Er ist aussagekräftiger als die durchschnittliche Studiendauer, da er nur die schnellere Hälfte der Studierenden erfasst.)

Die meisten Diplom-Chemiker (91 Prozent im Jahr 2001) schließen an ihr Studium eine Promotion an. Davon wurden 40 Prozent in der Chemischen Industrie eingestellt. Sieben Prozent waren zum Zeitpunkt der Umfrage stellensuchend (Abbildung 2). Dieser Wert sinkt aus statistischen Gründen kaum unter fünf Prozent, so dass man von einem günstigen Arbeitsmarkt für die promovierten Absolventen sprechen kann. Dies

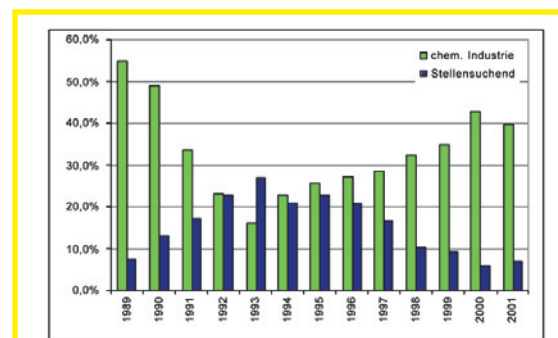
wird voraussichtlich auch in den nächsten Jahren so bleiben, da die Anzahl der diplomierten und promovierten Absolventen weiter zurückgehen und einige Jahre auf niedrigem Niveau (unter 1000) bleiben wird. Bisher lässt sich noch nicht abschätzen, ob die Bachelor/Master-Studiengänge in den kommenden Jahren dazu führen werden, dass mehr Absolventen auf eine Promotion verzichten werden, um die Hochschule mit einem Bachelor- oder Masterabschluss zu verlassen. Dies würde nicht nur den bestehenden Doktorandenmangel an den Hochschulen weiter verschärfen, sondern bei gleichbleibender Nachfrage aus der Industrie auch einen erheblichen Mangel an qualifizierten Absolventen für die Forschungsabteilungen verursachen.

Forderung von Clemens Winkler an seine Studenten

„Die wirklich erfolgreiche Durchführung anorganisch-chemischer Arbeiten ist nur demjenigen möglich, der nicht nur allein theoretischer Chemiker, sondern auch vollendeter Analytiker ist, und zwar nicht nur ein praktisch angelernter mechanischer Arbeiter, sondern ein denkender gestaltender Künstler, vor dem jede der durchgeführten Operationen in theoretischer Klarheit liegt, dem die Stöchiometrie in Fleisch und Blut übergegangen ist und der bei allem, was er tut, von ästhetischem Geist, dem Sinn für Ordnung und Sauberkeit, vor allem aber vom Streben nach Wahrheit geleitet wird.“

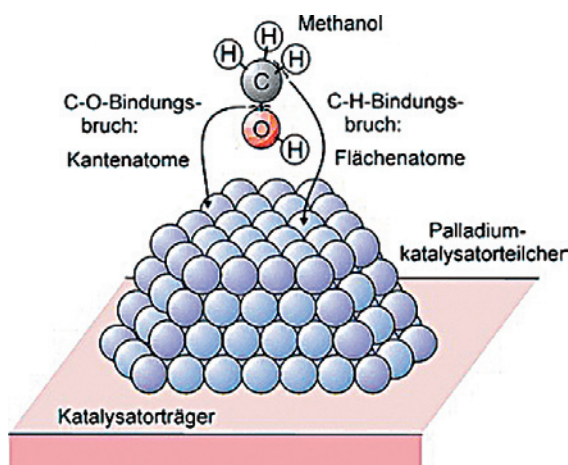
Clemens Winkler (1838 - 1904), Professor für Analytische Chemie und Chemische Technologie an der Bergakademie in Freiberg, Sachsen, hat unter anderem das Element Germanium entdeckt (1886) und das Kontaktverfahren der Schwefelsäure-Herstellung entwickelt.

Abbildung 2: Vergleich stellensuchender und in der Chemischen Industrie eingestellter Absolventen in Prozent (nur diejenigen, deren Weg bekannt ist).



Feinstruktur bestimmt Verlauf von Reaktionen Katalyse mit Ecken und Kanten

Der detaillierte Ablauf katalytischer Reaktionen ist in den meisten Fällen ungeklärt. Jetzt haben Forscher am Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft in Berlin die katalytische Kontrolle eines chemischen Prozesses auf atomarer Ebene beobachtet.



Modell eines Palladium-Katalysatorpartikels auf einem Trägermaterial. Die Verteilung der Reaktionsplätze auf dem winzigen Metallkristall steuert den Verlauf der chemischen Reaktion (Grafik: Fritz-Haber-Institut).

Als Modell untersuchten die Forscher einfache chemische Reaktionen, nämlich verschiedene Umsetzungen von Methanol. Die verwendeten Modellkatalysatoren wiesen einerseits eine wohldefinierte Struktur auf, hatten andererseits aber das Potential, die Komplexität realer Katalysatoren in gezielter und kontrollierter Weise nachzubilden.

Die reaktiven Metallteilchen bestanden aus winzigen Palladiumkristallen, wie sie auch in vielen kommerziell genutzten Katalysatorsystemen verwendet werden. Die Oberfläche dieser nur wenige Millionstel Millimeter großen Kristalle besteht aus vielen sehr unterschiedlich strukturierten Stellen, wie zum Beispiel Kanten, Ecken oder glatten Kristallflächen. Bisher wurde vermutet, dass an den verschiedenen Reaktionsplätzen der Katalysatorpartikel auch jeweils nur ganz bestimmte chemische Reaktionen ablaufen.

Um an den unterschiedlichen Stellen in ihrem Modellsystem die Geschwindigkeit der chemischen Vorgänge genau messen zu können, verwendeten die Berliner Forscher Molekularstrahlen. In diesen Strahlen bewegen sich Moleküle gemeinsam in eine genau bestimmte Richtung, so dass ihr Auftreffen auf dem Katalysator präzise kontrolliert werden kann.

Bei ihren Experimenten konnten die Wissenschaftler auf dem Katalysator zwei verschiedene Reaktionswege des Methanols beobachten: Entweder wurde innerhalb des Methan-Moleküls eine chemische Bindung zwischen Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen gebrochen oder es wurde die Kohlenstoff-Sauerstoff-Bindung getrennt. Damit konnten die Forscher direkt nachweisen, dass der zweite Reaktionsweg, also die Aufspaltung der C-O-Bindung, gerade durch die Kanten der Katalysatorpartikel besonders beschleunigt wurde.

Physiologische Chemie

Von Schimmel, Tintenfraß und Papierspaltereien

In Archiven und Bibliotheken werden Papiere und Bücher aus mehreren Jahrhunderten gesammelt. In der Landesarchivdirektion Baden-Württemberg werden die wertvollen Zeitzeugen durch das aufwändige Papierspaltverfahren restauriert. Tübinger Biochemiker haben erforscht, wie sich hitzeliebende Bakterien einsetzen lassen, um die Methode weiter zu verbessern.

Das Buch mit der schwungvollen Handschrift aus dem 17. Jahrhundert ist vergilbt und sieht aus wie angefressen. Die lappigen Seiten sind so stark beschädigt, dass man nicht darin blättern kann.

Solche Dokumente, schadhafte Bücher, Karten und Urkunden aus den wissenschaftlichen Bibliotheken und Staatsarchiven Baden-Württembergs, landen bei der Landesarchivdirektion in Ludwigsburg – wenn sie als historisch wertvoll oder wichtig eingestuft werden. Dort werden sie in mühevoller Arbeit restauriert. Das besonders schonende Restaurierungsverfahren der Papierspaltung, bei dem auch biochemische Methoden zum Einsatz kommen, haben die Oberkonservatorin Dr. Anna Therese Haberditzl von der Landesarchivdirektion Baden-Württemberg in Ludwigsburg und Prof. Hans Bisswanger vom

Physiologisch-chemischen Institut der Universität Tübingen weiter entwickelt.

Die Probleme bei der Konservierung von Dokumenten haben sich über die Jahrhunderte verändert. „In Deutschland wurde seit der Erfindung des Buchdrucks Ende des 15. Jahrhunderts verstärkt mit Papier gearbeitet. Bei den frühen Dokumenten war man sich immer über ihren Wert bewußt, sie wurden sorgfältig aufbewahrt“, erklärt Haberditzl. Mit der breiten Verwendung von Eisengallustinte vom 17. Jahrhundert an trat nach längerer Aufbewahrung Tintenfraß auf: Das in der Tinte enthaltene Eisensulfat setzt sich an der Luft

zu Schwefelsäure um, die das Papier zerstört. Papieren aus dem 19. und 20. Jahrhundert setzt häufig der Säurefraß zu, vor allem bei Papier minderer Qualität aus Kriegszeiten oder bei Taschenbüchern und Zeitungspapier. In der Landesarchivdirektion werden Papiere, die durch starken Schimmel, Tinten- oder Säurefraß beschädigt sind, durch das Papierspaltverfahren restauriert. Das ist sehr aufwändig und teuer – ein einzelnes Blatt in Stand zu setzen, kostet fünf bis zehn Euro. „Vorteil ist, dass man dem Blatt die Behandlung kaum ansieht und es langfristig erhalten werden kann“, erklärt die Oberkonservatorin. Um fehlende Stellen in einem Dokument auszubessern, wird es durch Anfasern durch neu geschöpftes Papier ergänzt und dann beidseitig mit gelatinebeschichteten Trägerpapieren belegt. Tatsächlich wird nun das sprichwörtlich papierdünne Blatt so gespalten, dass Vorder- und Rückseite nur noch an einem schmalen Rand zusammenhängen und auseinandergeklappt werden können. In die offene Mitte zwischen Vorder- und Rückseite wird ein stützendes Kernblatt eingefügt. Nach dem Zusammenfügen ist die Restaurierung praktisch nicht zu sehen. Bei billigeren Verfahren, bei denen eine durchsichtige Folie oder ein transparentes Japanpapier auf das zu restaurierende Papier geklebt wird, entsteht ein feiner Schleier und das Blatt ist schlecht zu lesen. Das Papierspaltverfahren gibt es bereits seit etwa 1960, es wird jedoch immer weiter verbessert. Für die Proberestaurierungen benutzen die Wissenschaftler historische, alte Dokumente, die von den Archivaren als nicht erhaltenswert aussortiert wurden.

„Das ganze Papierspaltverfahren besteht aus rund 25 Einzelschritten“, erklärt Haberditzl. Wenn möglich, werden die historischen Papiere nass behandelt, um Schadstoffe herauszuspülen und die Zellulose, aus der das Papier hauptsächlich besteht, quellen zu lassen. Auch Wärme macht dem Papier nicht viel aus. Wichtig ist

dagegen, dass es nie lose bleibt während einer Nassbehandlung. Die Papiere werden im Bad durch Siebe fixiert. Bei einem der letzten Schritte müssen die Trägerpapiere, die mit Gelatineklebstoff angeklebt wurden, wieder entfernt werden. Bisher wird die Gelatine in heißen Bädern mit Proteasen entfernt, handelsüblichen Enzymen, die die Gelatine zerkleinern. Dabei werden in großen 400-Liter-Bädern relativ preisgünstige, an diesen Enzymen angereicherte Extrakte aus Bakterienzellen verwendet, die als Verunreinigung auch Zellulose abbauende Enzyme enthalten können. „Diese Enzyme lassen sich nicht vollständig wieder herunterwaschen und ihre Aktivität kann über viele Jahre erhalten bleiben. Im trockenen Zustand passiert zwar nichts, doch bei Feuchtigkeit wird das Papier abgebaut“, erklärt Bisswanger.

Wegen dieser Probleme haben die Biochemiker ein grundsätzlich anderes Verfahren erfunden: Die Enzyme werden auf sehr haltbares Polyestermaterial aufgebracht und dort chemisch fest gebunden. Um den Enzymen einen größeren Aktionsradius zu geben, wurde zwischen den Träger und das Enzym ausserdem ein „Spacer“ eingefügt. Dafür hat sich in den Experimenten des Biochemikers ein großes Protein als günstig erwiesen. Die auf dem Träger gebundenen Enzyme, die in gereinigter Form viel Geld kosten, können immer wieder bei Papierrestaurierungen verwendet werden. „Die Enzyme sind bereits seit einem Jahr aktiv, ich gehe davon aus, dass sie auch noch länger halten“, so Bisswanger.

Die Gelatine soll kontrolliert abgebaut werden, denn sie wird während des Spaltverfahrens zunächst als Klebstoff gebraucht. „Normalerweise würde man die Enzyme über Hemmstoffe an- und abschalten, zum Beispiel mit Komplexbildnern, die dem Enzym essentielle Wirkstoffe, Metallionen, entziehen und es inaktivieren“, sagt Bisswanger. Doch solche Stoffe könnten dem Dokument schaden, indem sie beispielsweise

mit Bestandteilen der Tinte auf dem Papier reagieren. Die Lösung bestand in der Verwendung von Enzymen aus thermophilen Bakterien: Sie sind bei Raumtemperatur inaktiv; soll die Gelatine abgebaut werden, wird das Papier einfach auf 50 bis 60 Grad Celsius erhitzt und die Enzyme beginnen zu arbeiten. „Die Trägerpapiere lassen sich dann ablösen, die Gelatine wird restlos entfernt“, erläutert Bisswanger die Idee.

Für den Biochemiker bestand die Forschungsarbeit darin, die richtigen Enzyme zu finden. Sie könnten aufwändig durch Veränderung bereits verfügbarer Proteasen mit Hilfe gentechnologischer Methoden hergestellt werden, doch bedient sich der Forscher der genialen Erfindungen der Natur: Thermophile Mikroorganismen wie manche Bakterienstämme findet man in vulkanischen Gebieten, in heißen Quellen, aber auch im Ackerboden. „Diese Stämme können im Labor gezüchtet werden“, so Bisswanger. Für das Papierspaltverfahren verwendet er ein Enzym aus dem Bakterium *Thermus*, das aus kochenden Quellen isoliert wurde, und ein in nigerianischen Bodenproben gefundenes hitzeresistentes Bakterium der Gattung *Streptomyces*. „Um das Verfahren zur technischen Reife zu bringen, wäre es denkbar, das Enzym biotechnologisch zu produzieren, indem die entsprechenden Gene in einfach zu kultivierende Bakterien eingebaut werden“, gibt Bisswanger Ausblick auf die weiteren Forschungen.

Stark beschädigtes, historisches Buch vor der Restaurierung (Foto: Bühler / Landesarchivdirektion Baden-Württemberg).



Gefahr erkannt – Gefahr gebannt

Karl Birett: **Umgang mit Gefahrstoffen**; 388 Seiten; Format 12,5 cm × 18,7 cm, Kunststoffeinband; Ecomed Verlag, Landsberg; 4. Auflage 2002; ISBN 3-609-66084-8; 19,80 Euro.



Nach zwölf Jahren erscheint die Neuauflage dieses teils lexikalisch gestalteten Nachschlagewerkes dringend notwendig. Mit der nun veröffentlichten völlig neu bearbeiteten 4. Auflage erhält der Leser eine Informationsquelle, die zu einem sicheren Umgang mit Gefahrstoffen verhelfen kann und auf die wesentlichen rechtlichen Vorgaben hinweist. Die Neufassung der Verordnung zum Schutz vor gefährlichen Stoffen (Gefahrstoffverordnung, GefStoffV) vom 15. November 1999 einschließlich der sieben seit dem Erlass verfügbaren Änderungen dient als Grundlage des Buches und ist in Teilen wiedergegeben.

Neben einem Verzeichnis der Technischen Regeln für Gefahrstoffe (TRGS) finden sich einzelne, wie zum Beispiel die TRGS 220 zum Erstellen von Sicherheitsdatenblättern, im Detail dargestellt. Im lexikalischen Teil werden Fachbegriffe von Aerosol über Gefahrgutverordnung bis zu Zubereitungen ausführlich beschrieben. Zur richtigen Verpackungs- und Behälterkennzeichnung für Gefahrstoffe und Gefahrgüter sind die Gefahrensymbole gezeigt, die der Autor durch eine Auflistung der Gefahrenhinweise (R-Sätze) und Sicherheitsratschläge (S-Sätze) ergänzt hat. Fast 100 Seiten sind über 40 Betriebsanweisungen für Stoffe und Zubereitungen gewidmet. Grenzwertbeschreibungen wie MAK (Maximale Arbeitsplatzkonzentration) und BAT (Biologische Arbeitsplatztoleranzwerte) runden das Angebot für den Leser ab. Auch Hinweise zur Ersten Hilfe und dem Verhalten bei Unfällen fehlen nicht.

Damit ist das vorgestellte Buch eine gute Arbeitshilfe beispielsweise für Sicherheitsfachkräfte und Betriebsärzte. Aber auch direkt im Labor kann es den dort mit Gefahrstoffen Beschäftigten ein guter Sicherheitsleitfaden sein. *MB*

TERMINE

09. -- 10.10.2002

Probenvorbereitungstechniken für die Ionenchromatographie

Fachseminar der Deutschen Metrohm in Filderstadt
Tel. 0711 7708812; www.metrohm.de

22.10.2002

Validierung von potentiometrischen Analysensystemen

Schwerpunktseminar der Deutschen Metrohm in Filderstadt
Tel. 0711 7708812; www.metrohm.de

05./06.11.2002

Proteomics Xperten

Kostenfreie Seminare Berlin/Mannheim Thermo Finnigan
Tel. 06103 408233; www.thermofinnigan.com

12. -- 13.11.2002

Bestimmung mechanischer Eigenschaften dünner Schichten

Anwendungsbezogenes Seminar von LOT-Oriel in Darmstadt
Tel. 06151 880668; www.lot-oriel.de

19. -- 20.11.2002

Keramische Verbundstoffe

Fortbildungsseminar der Deutschen Gesellschaft für Materialkunde in Stuttgart
Tel. 069 7917757; www.dgm.de

20. -- 21.11.2002

Die Analytik von Abfall

Kurs im Fortbildungszentrum für Technik und Umwelt des Forschungszentrums Karlsruhe in Eggenstein-Leopoldshafen
Tel. 07247 824045; <http://fortbildung.fzk.de>

02. -- 03.12.2002

Labordaten auswerten mit Ecel II

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

03. -- 04.12.2002

Grundkurs Mikroskopie

Seminar von Leica in Bensheim
Tel. 06251 1360; www.leica-microsystems.com

09. -- 10.12.2002

Biowissenschaftliches Intensivtraining

Wissenschaftliche Weiterbildung an der Universität Tübingen
Tel. 07071 2976439; www.uni-tuebingen.de/wit

18. -- 20.03.2003

9. Aachener Membran Kolloquium

Inst. f. Verfahrenstechnik, TWTH Aachen
Tel. 0241 80 95428; www.ivt.rwth-aachen.de/Amk
Deadline „Call for Posters“: 25. Oktober 2002

Neue Broschüren und CDs

Bio2NANO: Im Rahmen ihrer „Technologieführerkennungs-tätigkeit“ für das BMBF führen Mitarbeiter der „Zukünftige Technologien Consulting“ des VDI-Technologiezentrums eine Studie zur Nanobiotechnologie durch. Der erste Teil „Nanobiotechnologie I: Grundlagen und technische Anwendungen molekularer, funktionaler Biosysteme“ wurde im September 2002 veröffentlicht. Das Forschungsgebiet präsentiert sich in zweifacher Gestalt. Einerseits wird Nanotechnik für die Herstellung und Untersuchung biologischer Systeme eingesetzt und führt besonders im medizinischen Bereich zu neuen Therapie- und Diagnostikmöglichkeiten (Nano2Bio). Andererseits bieten funktionelle Biomoleküle wie Proteine oder die DNS selbst völlig neue Anwendungsoptionen z.B. in Kombination mit Nanopartikeln für Nanofabrikation, Materialsynthese oder auch Informationsverarbeitung (Bio2Nano). Die vorliegende Technologieanalyse widmet sich dem zweiten Aspekt. Untersucht wurde das technische Anwendungspotenzial biologischer Moleküle und Prinzipien in der Nanotechnik. Charakteristisch hierfür ist die „programmierbare Selbstorganisation“ von DNS-Molekülen und ihre Kombination mit Nanopartikeln zum Aufbau komplexer Nanostrukturen. Funktionelle Biomoleküle wie etwa das Protein Bakteriorhodopsin, das eine molekulare, Licht getriebene Ionenpumpe darstellt, finden z.B. Anwendungspotenzial in Biosensoren, als molekulare Maschinen oder auch in der Informationsverarbeitung. Die noch in Arbeit befindliche zweite Technologieanalyse wird sich mit dem medizinischen Anwendungsbereich beschäftigen und im nächsten Jahr folgen. Die jetzt veröffentlichte Technologieanalyse ist kostenlos erhältlich bei: **VDI-TZ**, Dr. Marcus Wevers, Tel.: 0211 – 6214 628 e-mail: wevers@vdi.de



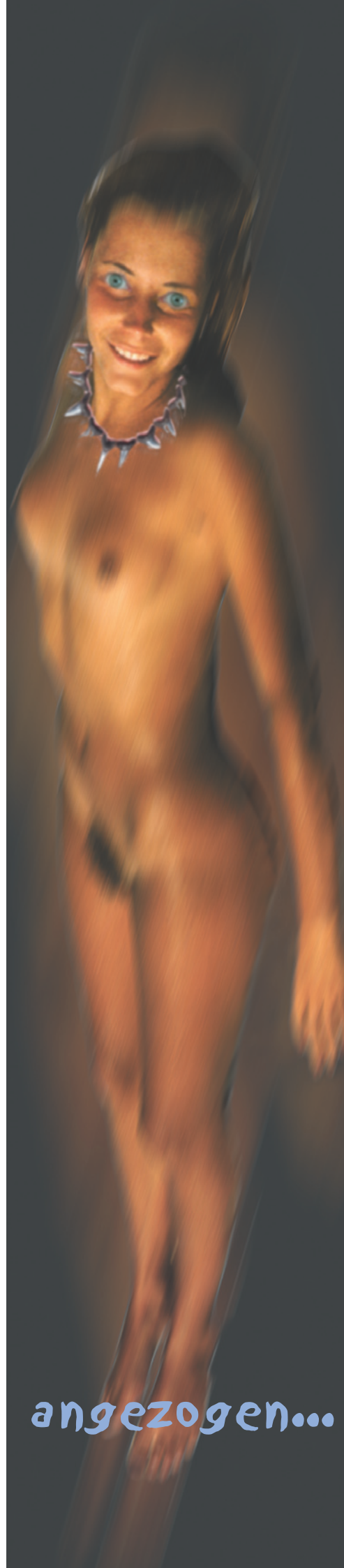
ALZHEIMER FORSCHUNG Die Broschüre enthält die neuesten Produkte von **Calbiochem** und **Oncogene Research Products** für den Bereich der Alzheimer Forschung. Freecall: 0800 6931000; literatur@cnb.de.

LC COLUMNS APPLICATIONS Die CD von **Agilent** enthält eine Zusammenstellung von HPLC-Anwendungen. Dazu gehören landwirtschaftliche, biochemische, umweltrelevante, lebensmitteltechnische, pharmazeutische und polymertechnische Applikationen. www.chem.agilent.com/scripts/LiteraturePDF.asp?iWHID=29635.

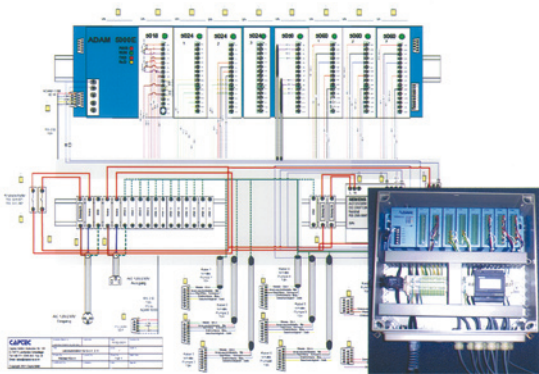
EFFIZIENTE PROZESSGASNUTZUNG Der Energiegehalt von Prozessgasen entspricht in etwa einem Sechstel des Erdgasverbrauchs in Deutschland. Am **Betriebsforschungsinstitut (BFI)**, Düsseldorf wurde jetzt eine dynamische Brennerregelung entwickelt, die eine effizientere thermische Verwertung dieser brennbaren Gase ermöglicht. Das neue BINE-Projekt-Info stellt die Forschungsentwicklung vor. Tel. 0228 923790; www.bine.info.

LASERLEXIKON aus dem **Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS Dresden**. Sie finden über 450 Begriffe von Abbildung bis Zirkulare Polarisation. Auf der Browseroberfläche kann der Benutzer den gesuchten Begriff aus der alphabetischen Auflistung oder durch direkte Eingabe über eine Suchmaske aufrufen. Tel.: 0351 2583444; www.laserlexikon.de.

ÖKOBASE UMWELTATLAS Diese CD informiert über Luftqualität oder Güte von Badegewässern, über Deponien, Forschungseinrichtungen, Umweltpreise und vieles mehr. Das Geografische Umweltinformationssystem wurde mit Unterstützung des Umweltbundesamtes von der **Clemens Hölter GmbH** herausgegeben. Tel.: 0211 52880; www.oekobase.de.



angezogen...



Adam im Labor

Der Laboralltag besteht zum großen Teil aus immer wiederkehrenden Arbeitsschritten. Diese lassen sich aus naturwissenschaftlichen Gründen weder verändern noch abkürzen. Um auch im Laborbereich effizient arbeiten zu können, müssen solche Routinearbeiten auf ein Minimalmaß beschränkt werden. Das Konzept einer Labor-Automation von Captec lässt nun auch das Labor auf den Stand der Technik beispielsweise in der Fertigung aufschließen. Individuell zugeschnittene Hardware-Komponenten und flexible Software erlauben eine universelle Anpassung an den Laborbetrieb. Der anwendungsspezifisch geplante PC-Einsatz kann enorme Ressourcen freisetzen.

Das Herz des Labor-Automation ist das modulare I/O-System ADAM von Advantec. Der hier eingesetzte ADAM-5000-Controller wird über die serielle Schnittstelle des PCs angeschlossen und stellt acht Modulsteckplätze für ein dezentrales Messsystem zur Verfügung. Das RS485-Protokoll erlaubt hohe Datenübertragungsraten über Twisted-Pair-Leitungen zwischen PC und Controller. Der Controller ist für industriellen Einsatz ausgelegt; er kann mit Betriebsspannungen zwischen 10 und 30 VDC betrieben werden. Alle Eingänge, d.h. I/O, Stromversorgung und Kommunikationsanschluss sind galvanisch getrennt, um Rückkopplungen und Störsignale zu minimieren. Ein Watchdog-Timer überwacht die ordnungsgemäße Funktion. Die

Verbindungs-länge von den einzelnen I/O-Modulen zu den Geräten darf bis zu acht Meter betragen (Bild). Für die Bedienung des Controllers stehen Treiberbausteine für Windows Betriebssysteme zur Verfügung, ein Windows Programm für Modulsetup und Datenanzeige ist ebenfalls im Lieferumfang enthalten. Dem Trend in der Industrie zum Ethernet-Bus folgend, ist das modulare I/O System als ADAM-5000/TCP oder ADAM 6000 Serie auch mit TCP/IP-Protokoll (10/100 Mbps) verfügbar.

Gerade im Laborbereich können viele Arbeitsschritte nicht vereinfacht oder gar weggelassen werden. Rein wirtschaftliche Überlegungen scheitern oft an den naturwissenschaftlichen Gegebenheiten. Eine kostensparende, elegante Lösung dieses Konfliktes ist daher der Einsatz einer Laborautomation für häufig wiederkehrende Arbeitsroutinen.

Captec GmbH
 Karlsruher Str. 11/1
 D-70771 Leinf.-Echterdingen
 Tel.: 0711 2206300; Fax: 0711 22063025
 www.captec.ws

Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG
 Willstätter Str. 11, D-40549 Düsseldorf
 Tel.: 0211 52880, Fax: 0211 5288143
 kundenservice@drlange.de
 www.drlange.de

Sicheres Trinkwasser

Zur Bereitstellung von sicherem Trinkwasser gehört auch die bakteriologische Wasseruntersuchung. Daher hat Hach für die Eigenkontrolle, für den Katastrophenschutz und den Militäreinsatz komplett eingerichtete, mobile Kofferlabore konzipiert. Im handlichen Format, neu strukturiert und damit noch einfacher in der Durchführung findet man alle benötigten Materialien von der Probenahme über die eigentliche Untersuchung bis zur Ergebnisauswertung.

Drei unterschiedliche Laborkoffer stehen für die Wasseruntersuchung zur Wahl: Membranfiltration, Presence/Absence-(PA)-Verfahren oder MPN-Methode (Wahrscheinliche Keimzahl). Die eingesetzten Verfahren besitzen die Zulassung zur routinemäßigen Trinkwasseruntersuchung der amerikanischen Überwachungsbehörde EPA. Der Laborkoffer "Sicheres Trinkwasser" ist zusätzlich zum PA-Verfahren mit den Bestimmungsmethoden Chlor, Nitrat, pH und TDS (Gesamtgehalt an gelösten Feststoffen) ausgestattet.

Grundsätzlich sind alle Laborkoffer zur Bestimmung von E. coli und gesamtkeimformen Bakterien ausgerüstet. Zur Bestimmung der Gesamtkeimzahl oder von Pseudomonaden sind die Kofferlabore mit entsprechendem Zubehör ergänzbar.



Avantgardistisches Design

Diese Not-Aus-Befehlsgeräte aus dem neuen Befehls- und Meldegeräte-Programm Avantgarde von Elan, Wettenberg bieten dem Anwender als besonderes konstruktives Merkmal ein modernes außergewöhnliches Design. Es soll – ebenso wie das Design der anderen Geräte dieses Programms – dazu beitragen, dass Bedienfelder und Kommandotafeln ein besonderes Outfit erhalten und ihres häufig gestalterischen Mauerblümchen-Daseins entzogen werden. Selbstverständlich erfüllen die neuen Not-Aus-Geräte der Baureihe ADRR auch alle sicherheitstechnischen Anforderungen gemäß EN 418 und EN 60947-5-1/-5. Ein weiterer Vorteil ist die geringe Bautiefe hinter der Frontplatte von nur 40 mm. Auf den Gerätekopf mit Schutzart IP 65 für Einbaubohrungen 22,3 mm können bis zu 3 Kontakt-Elemente aufgeschnappt werden.



Elan Schaltelemente GmbH & Co. KG
Postfach 1109, D-35429 Wettenberg
Tel. 0641 9848-0 Fax 0641 9848-420
info@elan.schmersal.de
www.schmersal.de

Rühren, Heizen, Regeln Karl Fischer flexibel

Der Laborrührer „SLR“ von Schott-Geräte, Mainz erfüllt mit den Funktionen Rühren, Heizen und Regeln die hohen Anforderungen des Labortags. Mit dem Rührer lassen sich Flüssigkeiten schonend bis intensiv mischen und bei Bedarf über die Heizung schnell erhitzen sowie geregelt temperieren. Über die große LCD-Anzeige können alle Funktionen angezeigt werden. Rührer und Heizung werden separat durch handliche Drehknöpfe bedient. Der Drehzahlbereich des Rührers reicht von 100-1100 min⁻¹ und kann in Stufen von 10 min⁻¹ eingestellt werden. Bereits im unteren Drehzahlbereich wird ein ausgezeichneter Rundlauf erzielt. Die Heizleistung ist in 24 Stufen einstellbar und erreicht in Stufe 24 eine mittlere Heizleistung von 0,9 kW.

Schott Glas
Hattenbergstraße 10, 55122 Mainz
www.schott.de

Der Kompakt KF-Titrino 787 vereinigt einfache Routinebedienung mit erstaunlicher Vielseitigkeit. Das Gerät lässt sich an spezifische Anforderungen anpassen. Einmal eingestellt, drückt man für die Wassergehaltsbestimmungen in technischen Produkten, Genussmitteln, organischen Lösungsmitteln, Lebensmitteln, Salzen und Kosmetika etc. nur die START-Taste, denn der Rest läuft automatisch ab. Der empfehlenswerte Titrierstand 703 mit eingebautem Magnetrührer durchmischt den Inhalt des Titriergefäßes. Auf Knopfdruck saugt er verbrauchte Lösung ab und gibt frisches Lösungsmittel zu. Der Anschluss einer Waage erlaubt die automatische fehlerfreie Übertragung des Probengewichtes. Metrodata VESUVO 3.0 Light, ein PC-Programm für Backup und Datenbank-Funktionen ist im Lieferumfang eingeschlossen.

Deutsche Metrohm
GmbH & Co.
In den Birken 3
70794 Filderstadt
Tel.: 0711 77088 0
www.metrohm.de

... durch
Schmuck

von

Christine Preu



z. B. mit Kette aus 50 Mio. Jahre alten, versteinerten Haifischzähnen, jede Versteinerung speziell eingefasst in Silber, Schmuckverschluss ebenfalls aus reinem Silber (900 Euro).

Jedes Schmuckstück eine Einzelanfertigung; von der Kette nur noch wenige Einzelstücke verfügbar.

Bestellung an Goldschmiedin Christine Preu, München, Telefon- und Fax-Nr.: 089-343 164.

Bei Bestellung bis 30. Oktober 2002 Auslieferung noch vor Weihnachten.



Portables Farbmesslabor

Nachdem der einzige deutsche Farbmessgerätehersteller – Lange – vor zwei Jahren das portable Spectro-Color d/8° - Farbmesslabor mit Kugelgeometrie präsentierte, bietet er jetzt eine Modellvariante mit gerichteter Beleuchtung an.

Während Farbmessgeräte mit Kugelgeometrie gegenüber Differenzen im Oberflächenglanz bzw. der Oberflächenstruktur „blind“ sind, erkennt Spectro-Color 45°/0° diese Unterschiede. Folglich findet das Gerät neben vielen anderen Bereichen sehr häufig in der Automobilindustrie Anwendung, da hier oft ein komplizierter Mix unterschiedlichster Materialien, Oberflächenstrukturen und Farbvariationen anzutreffen ist. Die gleiche Pigmentierung führt bei unterschiedlich stark strukturierten Oberflächen zu visuell wahrnehmbaren Farbdifferenzen, welche nur mit einem 45°/0° Gerät erfasst werden können. Das Farbmesslabor ist also ein unverzichtbarer Bestandteil einer jeden gewissenhaften Qualitätssicherung. Mittels zertifizierter Prüfmittel für Spectro-Color 45°/0° ist eine einfache Prüfmittelüberwachung und

die unabhängige Eigenkontrolle des gesamten Messsystems nach ISO 9000 Anforderungen möglich. Das Gerät wird mit der PC-Software spectral-QC geliefert, die weitere umfangreiche Möglichkeiten der Messwertverarbeitung direkt am PC wie zum Beispiel statistische Auswertungen und grafische Darstellungen ermöglicht.

Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG
Willstätter Str. 11, D-40549 Düsseldorf
Tel.: 0211 5288273, Fax: 0211 5288175
ferfers@drlange.de; www.drlange.de

Brechungsindex hochgenau

Durch den Einsatz einer präzisen Peltier-Thermostatisierung können mit dem neuen automatischen Refraktometer ATR-W2 von SCHMIDT+HAENSCH Proben im Bereich von +10 bis +70°C gemessen werden, ohne Wasser für die Thermostatisierung zu verschwenden. Das bewährte Konzept der Separierung von Auswertelektronik und Messeinheit ist auch hier wieder umgesetzt worden. Die moderne Optik garantiert höchste Stabilität und Auflösung. In dem beleuchteten, 2 zeiligen LCD-Display des ATR-W2 werden der Brechungsindex mit einer Auflösung von 0,00002 und die Temperatur mit einer Auflösung von 0,1°C angezeigt. Natürlich können auch der Brix resp. zwei andere, frei programmierbare Skalenwerte angezeigt werden.

CLB-Mediadaten und
Links zu Firmenseiten:

www.clb.de

Das ATR-W2 ist mit zwei RS232C und einer parallelen Schnittstelle ausgerüstet. Mit dem Messbereich von 1,325 – 1,700 nD (entspr. AB-BE-Refraktometer) und dem großen Temperaturbereich (bis +70°C) ist das ATR-W2 besonders für die Chemie und Petrochemie geeignet. Aber auch die klassischen Anwendungen in der Lebensmittelanalytik sind mit dem ATR-W2 zuverlässig zu lösen.

Am 24. April 1864 gründeten die Herren Franz Schmidt und Herrmann Haensch in Berlin ein gemeinsames Feinmechanik und Optik-Unternehmen, welches sich von Anbeginn dadurch auszeichnete, daß keine Massenproduktion angestrebt wurde, sondern hochspezialisierte Einzelfertigung in enger Zusammenarbeit mit Forschungseinrichtungen und Kunden. Bis heute ist das Familienunternehmen SCHMIDT+HAENSCH diesen Prinzipien treu geblieben und hat sich durch Qualitätsprodukte weltweit einen exzellenten Ruf erhalten können.

SCHMIDT + HAENSCH GmbH&Co,
Waldstrasse 80/81
13403 Berlin – Reinickendorf
Tel.: 030 417 072 – 0, Fax: – 99
schmidt-haensch@t-online.de
www.schmidt-haensch.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

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



BIMSSTEINGRANULATE UND -MEHLE

Joseph Raab GmbH & Cie. KG
Postfach 2261
D-56512 Neuwied
Tel. 02631 913-178
Fax 02631 913-170



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



DEUTERIUMLAMPEN

LOT
Tel. 06151/8806-0
Fax 06151/896667
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
Tel. 06151/8806-0
Fax 06151/896667
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



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

HOHLKATHODENLAMPEN

LOT
Tel. 06151/8806-0
Fax 06151/896667
www.LOT-Oriel.com



KALIBRATIONSSTANDARD

Starna GmbH
Postfach 1206, D-64311 Pfungstadt
Tel. 06157 2813, Fax 06157 85564
www.starna.de, starna@t-online.de

KÜHL- UND TIEFKÜHLGERÄTE



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



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

Starna GmbH
Postfach 1206, D-64311 Pfungstadt
Tel. 06157 2813, Fax 06157 85564
www.starna.de, starna@t-online.de

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.
Postfach 1461, D-28848 Syke
Tel. 04242 549-0, Fax 04242 549-39
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



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



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 Millimeter 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**

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

**OLYMPUS OPTICAL CO.
(EUROPA) GMBH**
Produktgruppe Mikroskope
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

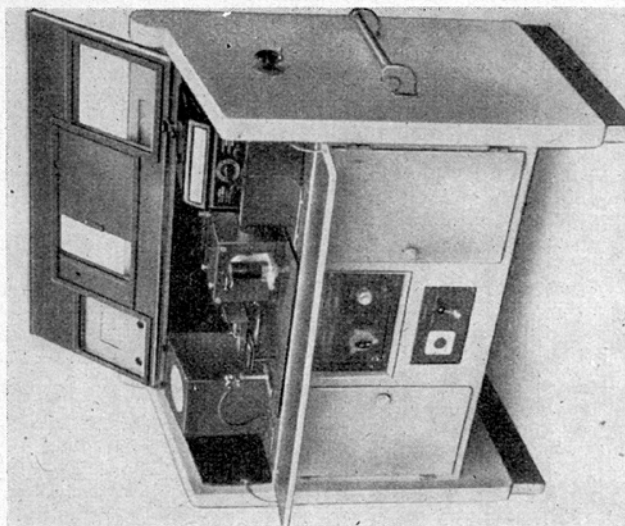
Große Anzeigen zu teuer? Hier kostet ein Eintrag nur 4,50 Euro pro Zeile, ein Millimeter pro Spalte 2,25 Euro!

1952 wurde in Dortmund das Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie (ISAS) gegründet (s. S. 348-349). In jenem Jahr war dies hier ein Spitzengerät der Spektralanalytik.

Der Spektralanalysator

Auf der Achema X zeigte die Firma Dr. B. Lange, Berlin, einen elektronischen Spektralanalysator, der praktisch momentan (tatsächlich innerhalb 1/50 Sekunde) die Absorptionskurve eines farbigen Glases, einer farbigen Folie oder Lösung liefert.

Das Gerät setzt sich aus einem optischen und einem elektrischen Teil zusammen. Der optische Teil besteht aus einem Spiegelmonochromator mit Quarzprisma, welches im Wellenlängenbereich von 300 m μ bis 3 μ Verwendung findet. Das Quarzprisma kann auf Wunsch für Untersuchungen im nahen Ultrarot¹⁾ gegen ein Steinsalzprisma ausgetauscht werden. Der Spektralbereich wird dadurch bis 15 μ erweitert. In üblicher Weise kann in den Strahlengang die Küvette mit der absorbierenden Flüssigkeit oder das farbige Glas eingeschoben werden. Aus dem Austrittspalt des Monochromators fällt das Licht auf einen Multiplier (Elektronenvervielfacher), der den verstärkten Photostrom einem Galvanometer zufführt. So kann mit dieser Anordnung eine Absorptionskurve mit großer Genauigkeit punktwise aufgenommen werden. Hierin unterscheidet sich das Gerät also im Prinzip nicht von ähnlichen anderen Konstruktionen. Nun kann aber auf Wunsch die gesamte Absorptionskurve auch auf



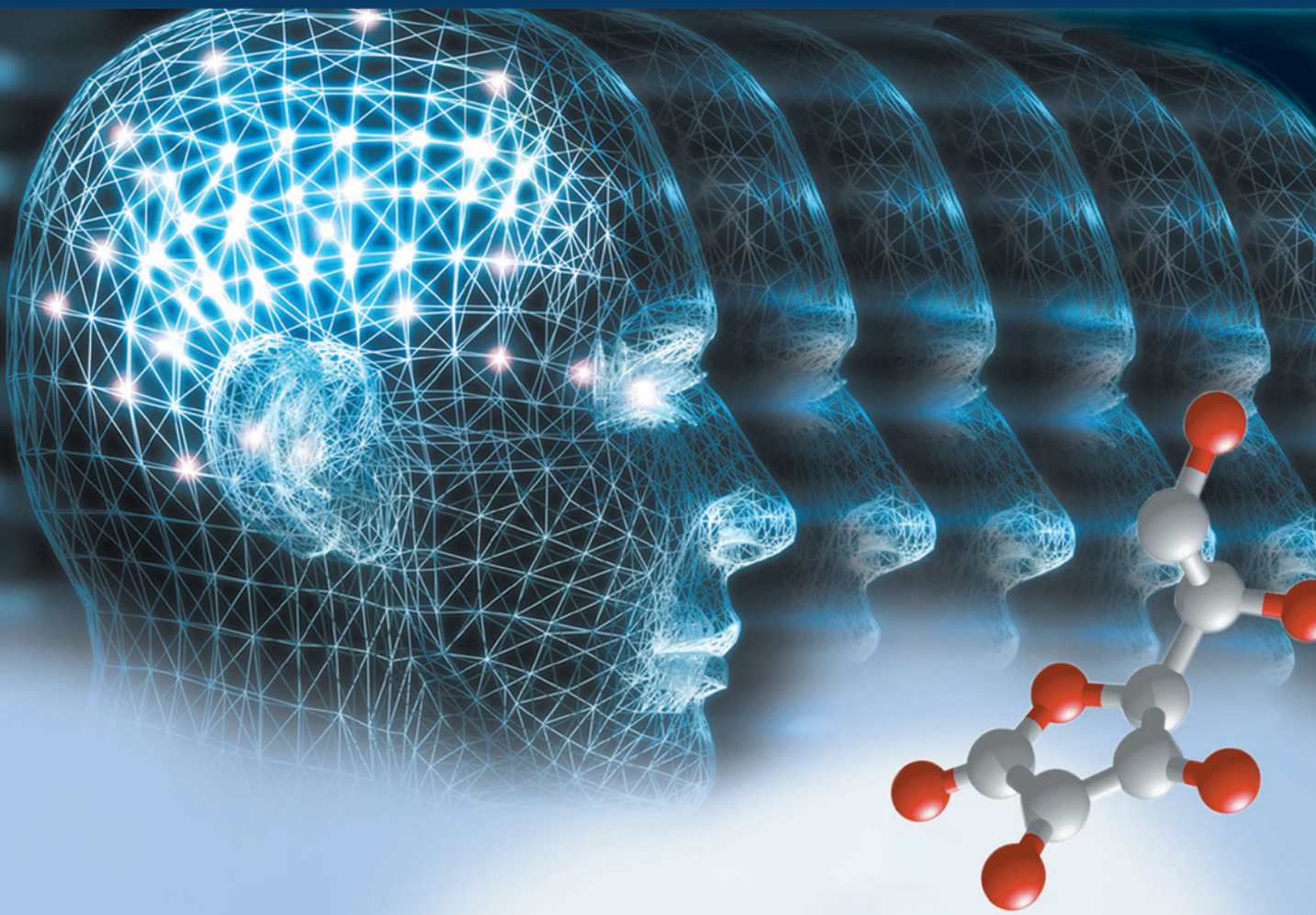
Elektronischer Spektralanalysator. (Werkfoto Dr. B. Lange, Bln.)

einmal auf dem Leuchtschirm eines Elektronenstrahl-Oszillographen sichtbar gemacht werden. Um das zu erreichen, wird zunächst in der Ebene des Austrittspaltes das zu untersuchende Spektrum auf einer besonders geschnittenen Blende abgebildet. Das von der Lichtquelle kommende Licht besitzt nicht die gleiche Intensität im ganzen spektralen Bereich und auch die spektrale Empfindlichkeit der das Licht aufnehmenden Photozelle ist nicht gleichbleibend für alle Wellenlängen. Würde man diese beiden Tatsachen außer acht lassen, so würde die Messung durch die individuellen spektralen Eigenschaften von Lichtquelle und Photozelle verfälscht. Die in der Ebene des Monochromator-Austrittspaltes liegende Blende ist nun so geformt, daß sie da schmal ist, wo das Produkt aus Lampenintensität und Zellenempfindlichkeit groß ist und umgekehrt. Die Blende schafft also durch passende Breitenbescheidung des Spektrums künstlich ein Spektrum konstanter Energieverteilung über sämtliche Wellenlängen. Das durch die Blende korrigierte Spektrum fällt nun auf einen schwingenden Spiegel, der periodisch hin- und herschwingend mit einer Frequenz von 50 Hz das Spektrum vor dem Spalt eines 11-stufigen Multipliers vorbeiführt. Der hierdurch erzeugte Photostrom steuert die eine Ablenkrichtung des Elektronenstrahl-Oszillographen (Intensitätskoordinate); die andere Ablenkrichtung (Wellenlängenkoordinate) wird synchron und phasengleich mit dem schwingenden Spiegel gesteuert. Wird nun ein Teil des Lichtes z. B. durch ein farbiges Glas absorbiert, so entsteht 50 mal in der Sekunde das Bild der unverfälschten Kurve auf dem Leuchtschirm. Der Vorgang läuft so rasch ab, daß das Kurvenbild ruhig und ohne jedes Flimmern auf dem Schirm steht.

Die gesamte Apparatur (siehe Abb.) ist in einem pultförmigen Gehäuse mit den Abmessungen 110 x 75 x 120 cm eingebaut. Der Deckel des Pultes ist aufklappbar, so daß die Einzelteile bequem zugänglich sind. Das Gerät ist als Netzanschlußgerät ausgebildet und mit Glimmspannungsteilern, Stabilisator und Kompensationseinrichtung versehen. In vielen Fällen wird die auf dem Leuchtschirm momentan erscheinende Absorptionskurve vollkommen in ihrer Genauigkeit ausreichen. Wünscht man jedoch die Kurve im Ganzen oder auch nur in bestimmter Wellenlängenbezirken genauer zu messen, so schaltet man den Oszillographen aus und mißt punktweise, wie bereits oben beschrieben wurde.

¹⁾Vgl. diese Ztschr. 1, 263 (1950)

thinkforward



Noch nie war FT-IR-Spektroskopie ...

...so einfach:

Automatische Erkennung von Zubehören
Automatische Optimierung von Messparametern
World Wide Plug&Play

...so zuverlässig:

On-line PerformanceGuard
Validierte Software
Volle GMP- und 21 CFR part 11-Kompatibilität
IQ/OQ/PQ-Unterstützung

**...so leistungsstark
und flexibel:**

Größter und flexibelster Probenraum seiner Klasse
Größte Vielfalt an externen Messzubehören
Höchste Nachweisempfindlichkeit und Stabilität

Die neue
FT-IR Dimension



Kontaktieren Sie den FT-IR-Profi!



Optics
www.brukeroptics.com

USA:
Bruker Optics Inc.
19 Fortune Drive
Billerica, MA 01821
Tel. +1-978-439-9899
optics@brukeroptics.com

United Kingdom:
Bruker Optics Ltd.
Banner Lane
Coventry CV4 9GH
Tel. +44-24-7685-5200
sales@optics.bruker.co.uk

Germany:
Bruker Optik GmbH
Rudolf-Plank-Str. 23
D-76275 Ettlingen
Tel.: +49-7243-504-600
optik@bruker.de