

CLB

Chemie in Labor und Biotechnik

Analytik

Biotechnik

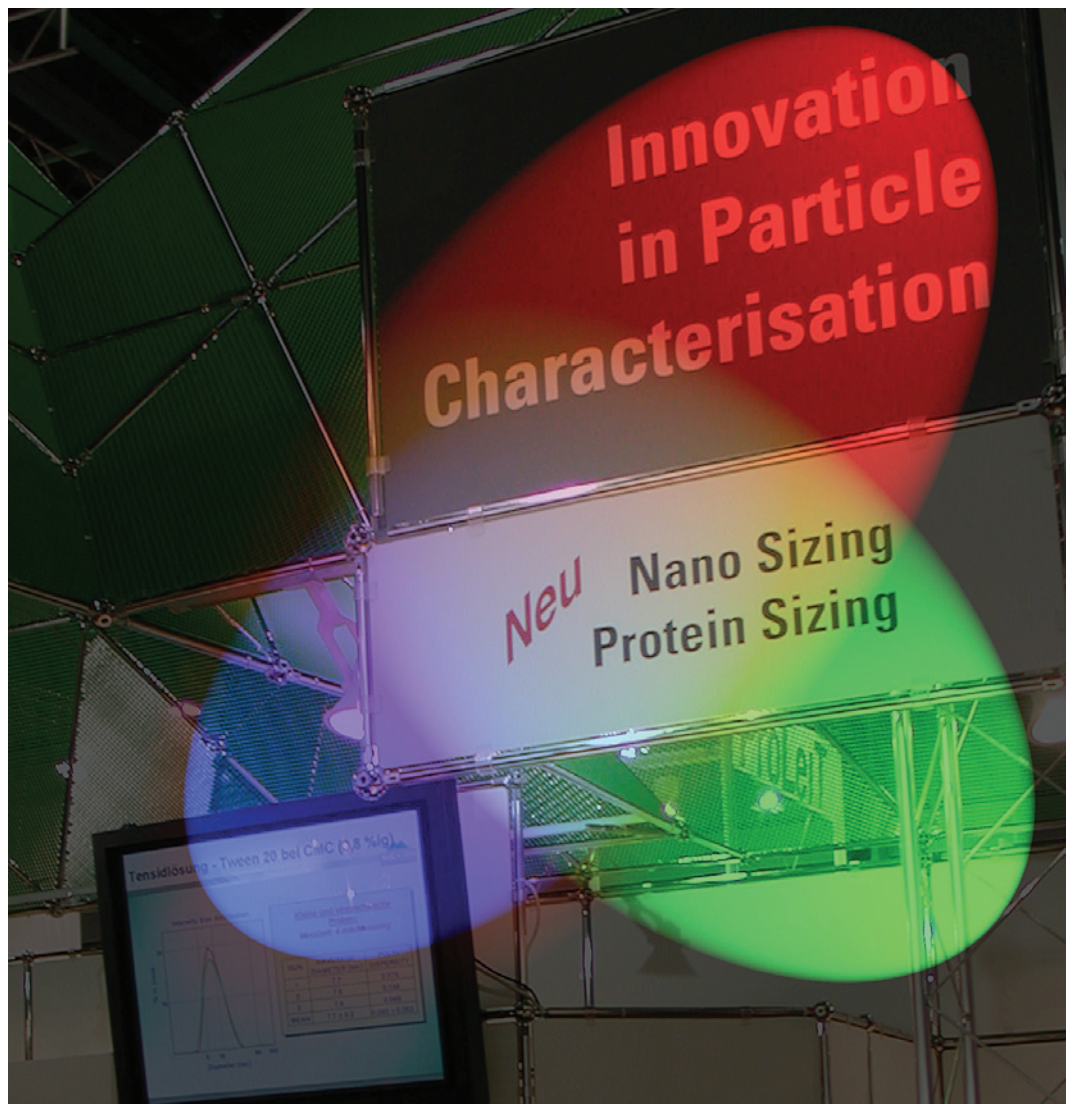
Optimierte Prozesse

Komplexe Materialien

Maßgeschneiderte Moleküle

Menschen und Chemie

Aus- und Weiterbildung



- Coulometrische Bestimmung von Schwefel
- Bewertung von Untersuchungsergebnissen
- Bewertung von chemischen Produkten
- Powtech-Schlaglicht

Kupferoxyd besonders bewährt hat, weil es eine gut fließende Schmelze gibt. Schwer verbrennbare Substanzen brauchen noch einen Zuschlag von Zinn, das unter starker Energieabgabe verbrennt. Organische Substanzen, vom Thioharnstoff z. B. würden 0,5 Milligramm ausreichen, werden gleichfalls mit Kupferoxyd im großen Überschuß gemischt. Dann erst erfolgt die Verbrennung im strömenden Sauerstoff, der einer Stahlflasche entnommen wird. Das Verbrennungsrohr, in das man Porzellanschiffchen mit der Analysesubstanz einschiebt, liegt in einem Marsfen und soll eine Temperatur von 1250° C haben. Die bei der Verbrennung entstehenden Gase, Schwefeldioxyd und Kohlendioxyd, strömen mit dem Sauerstoff in ein Absorptionsgefäß, das mit einer Vorlage von verdünntem Wasserstoffsulphat beschickt ist. Der Weg dorthin soll kurz sein, damit die Verbrennungsgase heiß genug bleiben, weil sich sonst Wasser irgendwo niederschlagen könnte, das einen Teil des Schwefeldioxydes festhalten würde. Dieses soll aber erst im Absorptionsgefäß mit dem Wasserstoffsulphat unter Bildung von Schwefelsäure reagieren, die dann durch Titration quantitativ bestimmt wird.

Die Absorption verläuft in diesem Fall sehr merkwürdig. Man sollte meinen, daß es günstig wäre, das Gas, wie bei der Mikro-Kohlenstoffbestimmung, durch eine Glasfritte in die Lösung zu drücken, damit es in feinen Bläschen hindurchperlen kann. Nun ist aber die Glasfritte immer feucht, wirkt zudem noch katalytisch, so daß die Reaktion bereits in den Poren sehr schnell abläuft. Die Schwefelsäure entsteht also innerhalb der Fritte. Dort wird sie beharrlich festgehalten, so daß man bei der Titration zu tiefe, in der Serie unkontrollierbar schwankende Werte erhält. Deshalb benutzt man ein Einleitungsrohr, das am Ende nur einige dissenartige Löcher hat, durch die der Gasstrom in ziemlich großen Blasen in die Lösung gedrückt wird. Wichtig ist, daß nie Flüssigkeit in das Rohr zurücksteigt, weil es innen absolut trocken bleiben muß. Außerdem soll das Durchleiten des Gases scharf erfolgen, da nur dann die Blasen so turbulent in der Absorptions-Lösung herumgewirbelt werden, daß die Reaktion zwischen SO_2 und H_2O_2 wirklich vollständig ablaufen kann. Sehr bewährt hat sich auch der Einbau eines Platinnetzes, durch das die Gasblasen hindurch müssen und das wie ein Gasenzünder katalytisch wirkt, ohne aber selber die entstehende Schwefelsäure festzuhalten. Diese wird dann direkt im Absorptionsgefäß titriert. Die gleichzeitig ent-

(Fortsetzung auf Umschlagseite 3)

Die potentiometrische Bestimmung des Schwefels

Von Dr. Georg Graue, Hüttenwerke Ruhrort-Meiderich

Wie die Mikrobestimmung des Kohlenstoffes¹⁾ kann auch die potentiometrische Titration des Schwefels bzw. der Schwefelsäure mit ganz geringen apparativen Mitteln erfolgen. Sie läßt sich zudem in wenigen Minuten durchführen, während die früher übliche Bestimmung als Bariumsulfat nicht nur erheblich mehr Arbeit erfordert, sondern auch sehr zeitraubend ist. In unserem Hüttenbetrieb werden z. B. monatlich etwa 15 000 Bestimmungen des Schwefelgehaltes im Eisen oder Stahl durchgeführt. Dabei hat man aber niemals Zeit. Die Proben, die den Schmelzöfen immer wieder entnommen werden, kommen durch Rohrpost in das Laboratorium, werden dort schnell zerkleinert und sofort analysiert. In den meisten Fällen erwartet der Stahlwerker bereits zehn, durchweg zwanzig Minuten, nachdem er die Proben am Ofen genommen hat, durch Fernschreiber oder Telefon das fertige, quantitative Ergebnis, für das vom Labor durch schriftliche Bestätigung garantiert werden muß. Bei aller Organisation und Mechanisierung wäre ein solches Tempo mit der alten Bariumsulfat-Methode nicht möglich. Deshalb hat die von G. *Thannleiser* und P. *Dickens*²⁾ entwickelte potentiometrische Methode sich in den Hüttenlaboratorien schon längst restlos durchgesetzt. Merkwürdigerweise sind aber die dort gemachten Erfahrungen keineswegs Allgemeingut geworden, obwohl sie sich sehr gut auch auf die organische Analyse oder die Untersuchung von Synthesegasen übertragen lassen.

Gerade im letzten Fall, wo schon sehr kleine Schwefelgehalte die Wirksamkeit der Katalysatoren vernichten können, sollte man auf das potentiometrische Verfahren übergehen, zumal dieses in Verbindung mit der elektrolytischen Titration sich voll automatisieren läßt und die Erfassung kleinster Schwefelmengen ermöglicht. Bei der Untersuchung fester Substanzen werden die zerkleinerten Proben (Stahlspläne, Erze, Kohle usw.) möglichst mit einem Sauerstoffüberträger überschichtet, wobei sich

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 3, 185 (1951).

²⁾ Mitt. K. W. I. Eisenforschung 15, 255, (1933).

Einen guten Analytiker zeichnet aus, durch geeignete Methoden das für eine bestimmte Aufgabe jeweilige Optimum zwischen den Randbedingungen Qualität, Kosten und Zeitaufwand zu finden. In dieser Ausgabe beschreibt ein Artikel die Bestimmung von Schwefel in PVC mit Hilfe der Coulometrie. Schon 1952 freute sich der Autor Dr. Georg Graue, dass sich Schwefel in Eisen und Stahl potentiometrisch in weniger als fünf Minuten bestimmen lässt, wie diese alten CLB-Seiten zeigen.

Liebe CLB-Leserin, lieber CLB-Leser,

geht es um Erläuterungen zu den am 9. Oktober bekannt gegebenen Chemie-Nobelpreisen, die dieses Jahr Strukturaufklärungsmethoden von Biomolekülen betreffen, muss man der CLB nahezu hellseherische Fähigkeiten bescheinigen. Der Amerikaner John B. Fenn (85) und der Japaner Koichi Tanaka (43) erhielten den begehrten Preis „for their development of soft desorption ionisation methods for mass spectrometric analyses of biological macromolecules“, der Schweizer Kurt Wüthrich (64) die zweite Hälfte des Preises „for his development of nuclear magnetic resonance spectroscopy for determining the three-dimensional structure of biological macromolecules in solution“. Schon auf der ersten Seite ihres Artikels in der CLB vom August dieses Jahres weist Autorin Dr. Uta Neubauer auf die wegweisenden Arbeiten von Kurt Wüthrich zur Strukturaufklärung von Proteinen mit NMR-Spektroskopie hin und beschreibt dann im Detail die Möglichkeiten dieser Methoden. Über moderne Massenspektrometer berichtete Uta Neubauer ebenfalls vor kurzem, in der Mai-Ausgabe dieses Jahres. Die Details über Desorptions-Ionisationsmethoden liefern wir nach. Wie sehr die Nobelpreisjury dieses Jahr mit dem Thema Proteomik im Trend lag, zeigt übrigens eine Werbetafel auf der Messe Powtech in Nürnberg (Kurzbericht Seiten 364 u. 365), die wir ins Titelbild-„Schlaglicht“ setzten.

Die Nobelpreisjury hat es sicher oft schwer, die Leistungen der jeweils nominierten Wissenschaftler so gerecht wie möglich zu bewerten. In der Analytik stellt sich die Bewertungsfrage jedoch ebenfalls alltäglich. Dies zeigen in dieser CLB zwei Artikel: An der ETH Zürich befasst man sich mit der Bewertung chemischer Produkte im Umfeld Umwelt und Sicherheit (Seiten 383 bis 385). Prof. Karl Heinz Koch berichtet über die Bewertung labormedizinischer Untersuchungsergebnisse (Seiten 376 bis 382). Der CLB-Mitherausgeber setzt in dem Artikel Fragestellungen aus verschiedenen Fachgebieten untereinander in Beziehung und schafft so eine gute Grundlage zur Einordnung der Untersuchungsergebnisse.

Dass für die Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes auch von schwierigen Proben die



Coulometrie eine attraktive und einfach zu handhabende Bestimmungsmethode ist beschreiben auf den Seiten 368 bis 375 Jörg Wylamrzy, Prof. Alfred Golloch und Prof. Johannes Kupka. Der Artikel ist auch ein Beispiel dafür, wie Analytik in alle Bereiche unseres Lebensumfeldes herein reicht, geht es in dem Artikel doch um flammhemmende Reaktionen in PVC.

PVC hatte in der Vergangenheit öfters eine schlechte Presse. Die CLB trägt mit ihren Informationen dazu bei, die Risikobewertung in Chemie und Biotechnik zu verbessern. Es kommt immer auf Detailzusammenhänge an, um Aussagen über Möglichkeiten, Gefahrenpotenziale u.a. machen zu können, auch wenn beispielsweise Stichwortzusammenstellungen wie „Kunststoffe“ und „Verbrennung“ intuitiv ängstigende Vorstellungen hervorrufen. Kunststoffe können im Rauchgastrakt von Verbrennungsanlagen sogar Dioxine von der Umwelt fernhalten. Das zeigt ein Artikel der Rubrik „Forschung und Technik“ auf Seite 386.

Viel Nutzen durch das Lesen dieser CLB – vielleicht auch durch den Gewinn eines der auf Seite 367 aufgeführten Wettbewerbs; es muss ja nicht immer der Nobelpreis sein – wünscht

Ihr

INHALT

Aufsätze

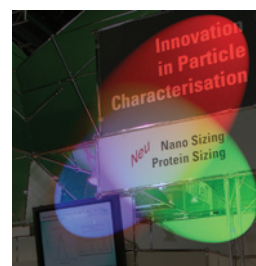
Untersuchung flammhemmender Reaktionen von ZnS in PVC Coulometrische Bestimmung des Schwefelgehaltes _____	368
„Richtigkeit“ von Analysenwerten Bewertung labormedizinischer Untersuchungsergebnisse _____	376

Rubriken

Editorial _____	361
Impressum _____	363
F & E im Bild _____	363
Messe / Kongress _____	364
Unternehmen _____	365
Personalia _____	366
Förderungen / Preise _____	367

Umschau

Umwelt und Sicherheit Bewertung chemischer Produkte _____	383
Forschung und Technik _____	386
Wirtschaft _____	390
Nanotechnik _____	392
Service _____	394
Neue Produkte _____	395
Bezugsquellenverzeichnis _____	399



Zum Titelbild:

Ein „Schlaglicht“ von der Powtech in Nürnberg betraf auch die Proteinanalytik (siehe auch die Seiten 364 und 365; Foto: Bulmahn).

CLB-Memory

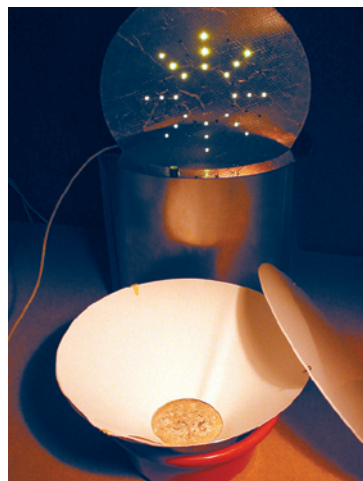
Notfallchemie	
Signalfarbe rot für roten Phosphor _____	M73
Auszubildende in der chemischen Industrie	
Chemikanten sind begehrt _____	M75
Der Umgang mit großen Zahlen in der wissenschaftlichen Literatur Von Milliarden und Trillionen _____	M76
Der König der Düfte und die Festphasenmikroextraktion Aromastoffanalyse für mehr Lebensmittelsicherheit _____	M77
Förderung – Fortbildung – Ausbildung	
Praktische Chemie für Lehrer und Schüler _____	M79
Fragen zu Grundlagen der Chemie _____	M80

Magnetischem Orientierungssinn auf der Spur Ein „triviales“ Experiment

Wie man auch mit trivialen Experimenten weitreichende Erkenntnisse gewinnen kann, zeigten jetzt Onur Güntürkün und Helmut Prior, Abteilung Biopsychologie, (Institut für Kognitive Neurowissenschaft, Fakultät für Psychologie der Ruhr-Universität) in Kooperation mit Joachim Traudt, Roswitha Wiltschko und Wolfgang Wiltschko vom Zoologischen Institut der Universität Frankfurt.



Sie fanden, dass Zugvögel das Magnetfeld ausschließlich über das rechte Auge und mit der linken Hirnhälfte wahrnehmen. Dadurch entsteht vermutlich ein plastisches „Bild“, so dass die Tiere den Norden „sehen“ können. Die Zugvögel wissen zu jeder Tages- und Nachtzeit, wo der magnetische Norden liegt. „Herausgefunden haben wir das in einem eigentlich trivialen Experiment“, so Güntürkün. Die Biopsychologen fingen Rotkehlchen ein, die gerade auf ihrer Nordwanderung waren, und sperrten sie über Nacht in einen Trichter, der mit Papier ausgekleidet war. Die „Zugruhe“ der Vögel äußerte sich in Kratzspuren auf dem Papier, aus denen sich die Zugrichtung ablesen ließ. Das Ergebnis: Die Tiere wollten ausschließlich nach Norden. In einem zweiten Schritt benutzten die Forscher Augenkappen, um den Tieren abwechselnd das linke und rechte Auge



zu verdecken: Wurde das rechte Auge abgedeckt hatten die Tiere keinerlei Orientierung mehr, ohne das linke zeigten die Kratzspuren wieder gen Norden. Setzten die Wissenschaftler Helmholtz-Spulen ein, die das Magnetfeld umkehren, tendierten die Tiere, denen das linke Auge verdeckt worden war, in Richtung Süden.

Ohne das visuelle System wäre der Magnetsinn allerdings wirkungslos, so dass sich beide Wahrnehmungsmechanismen sinnvoll ergänzen.

Links:
Die Versuchsa-
pparatur: ein mit
Papier ausgelei-
deter Trichter.

Ganz links:
Ein Rotkehlchen
wird in den Trich-
ter gesetzt (Fotos:
Ruhr-Universität
Bochum).

Impressum

CLB
Chemie in Labor und Biotechnik

Verlag:
Agentur & Verlag Rubikon
für technische und wissenschaftliche
Fachinformation
Rolf Kickuth
Anschrift:

CLB, Agentur & Verlag Rubikon
Bammentaler Straße 6–8
69251 Gaiberg bei Heidelberg
Deutschland
e-Mail: redaktion@clb.de

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

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

Ständige Mitarbeiter:
Dr. Mechthild Kässer, Dieckholzen; Prof.
Dr. Erika Krakovská, Kosice; Hans Diet-
rich Martin, Köln; Dr. Ognian Serafimov,
Konstanz; Jürgen Wagner, Weinheim;
Hans-G. Winkler, Meyenfeld; Dr. Röbb-
e-Wünschiers, Köln.

VBTA-Verbandsmitteilungen:
Thomas Wittling, Raiffeisenstraße 41,
86420 Diedorf,
Telefon (0821)327-2330
Fax (08 23 8) 96 48 50
e-Mail: info@vbta.de

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

Abonnementbetreuung:
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.

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

Die Zeitschrift und alle in ihr enthalte-
nen einzelnen Beiträge und Abbildun-
gen sind urheberrechtlich geschützt.
Jede Verwertung außerhalb der engen
Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist
ohne Zustimmung des Verlags unzuläs-
sig und strafbar. Das gilt insbesondere
für Vervielfältigungen, Übersetzungen,
Mikroverfilmungen und die Einspeiche-
rung und Verarbeitung in elektronischen
Systemen.

Für die Rückgabe unverlangt eingesand-
ter Buchbesprechungsexemplare kann
keinerlei Gewähr übernommen werden.

ISSN 0943-6677



Analysenvorbereitung und -durchführung

Beispiele von der Powtech und der Technopharm

Zum dritten Mal fanden diese beiden Messen zur gleichen Zeit in den Messehallen Nürnberg statt. Während die Powtech hauptsächlich Verfahren der Pulver- und Schüttguttechnologie zeigt, sieht sich die Technopharm als Forum für den gesamten Bereich der Entwicklung, Herstellung und Analytik pharmazeutischer, kosmetischer und diätetischer Produkte. Neuheiten im Bereich der Analytik waren beispielsweise ein Sprühtrockner für die Arbeit mit organischen Lösungsmitteln und ein System zur Messung der Fliesseigenschaften von Pulvern.

Die Neuigkeiten und viele altbewährte Techniken interessierten auch in diesem Jahr wieder mehr als 15000 Fachbesucher. Nach Aussage verschiedener Aussteller kamen etwa 30 Prozent der Interessenten aus dem Ausland, hauptsächlich aus Schweden und aus osteuropäischen Ländern. Auch Laborspezialisten kamen auf ihre Kosten.

Trocknen

Das Trocknen von Proben im Labor ist einerseits eine analytische Bestimmungsmethode: der Gewichts-

verlust ist für viele industrielle Produkte eine wichtige Kenngröße. Manchmal ist das Trocknen aber auch notwendig, um andere Untersuchungsmethoden überhaupt erst anwenden zu können. Schließlich werden viele Produkte erst durch Trocknen gewonnen und dann sind Vorversuche und Qualitätskontrollen im Labor unabdingbar. Die Büchi Labortechnik AG aus der Schweiz zeigte auf der Messe ihren neuen Sprühtrockner. Mit dem Mini Spray Dryer können nun auch Proben mit organischen Lösungsmitteln getrocknet werden. So gewinnt die Farbindustrie Naturfarbstoffe, die pharmazeutische Industrie kann hochwirksame Wirkstoffe isolieren und Mikroverkapselung ist kein Problem mehr. Um für diese und weitere Anwendungen mit organischen Lösungsmitteln arbeiten zu können, wird der Sprühtrockner als geschlossener Kreislauf unter inerten Bedingungen betrieben. So kann auch das Lösungsmittel am Ende regeneriert werden.

Ebenso wie Büchi stellte die Linn High Therm GmbH auf der Technopharm aus, obwohl sicher beide Firmen – wie auch viele andere – Besucher, die ursprünglich zur Powtech gekommen waren, anzogen. Linn zeigte ein Mikrowellengerät, das sich inzwischen weg vom Labormaßstab immer weiter hin zu industriellen Dimensionen entwickelt hat und dort vielfältige Trocknungsaufgaben übernehmen kann, die mit herkömmlicher Ofentechnik kaum möglich sind.

Partikelanalyse

Malvern Instruments setzt jetzt dynamische Lichtstreuung ein, um die Wahrscheinlichkeit der Kristallbildung von Proteinen mit verschiedenen Reagenzien festzustellen. So können Forscher mit Hilfe des HPPS (high performance particle sizer) leichter und schneller die Kombinationen finden, die zu den



Auf der Powtech 2002 präsentierten 550 Aussteller ihre Produkte – wie hier Christian Schwinger von der Schweizer Firma Inotech, die monodisperse Verkapselungen für verschiedenste Anwendungen (Kosmetika, Retroviren zur Behandlung von Gehirntumoren, rieselfähige Fette) herstellen und dann auch vermessen können (Fotos: Bulmahn)

Dr. Harry Brandenberger, Produktmanager bei Büchi, freut sich über den neuen Sprühtrockner.



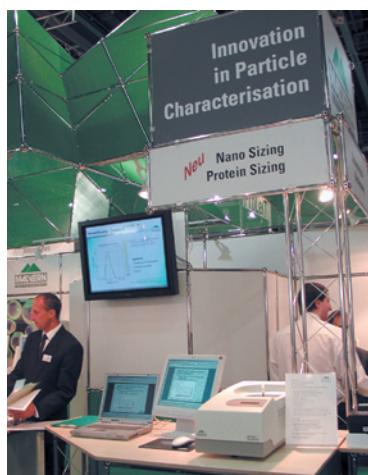
Tanja Löhe, European Pharmaceutical Market Manager von Vivendi Water Systems zeigte die industrielle Anlage von Gütling, mit dem erstmals pharmazeutisches Reinstwasser auch als Heiswasser sanitisierbar ist. Reinstwassersysteme für den Laborbereich bietet die Tochterfirma Elga an.

besten Einzelkristallen für die Röntgenstrukturanalyse führen.

Auch Beckmann Coulter arbeitet mit dynamischer Lichtstreuung. Sie kann hier unter bis zu sechs verschiedenen Streuwinkeln erfolgen. Diese Mehrwinkelanalyse ist ideal bei breit verteiltem oder unbekanntem Probenmaterial. Die Größe von suspendierten Partikeln oder von Emulsionströpfchen kann im Bereich von drei Nanometern bis zu drei Mikrometern auf diese Weise bestimmt werden.

Der Powder Flow Analyser von Stable Micro Systems aus England untersucht nicht einzelne Partikel sondern die Fließfähigkeit von trockenen und nassen Pulvern. Dazu verwendet das Gerät die Controlled Flow Methode, wobei eine Art Rührer den Widerstand des Pulvers misst.

Maren Bulmahn



Auf dem Stand von Malvern Instruments war neben dem HPPS zur Beschleunigung der Strukturbestimmung von Proteinen auch der neue Autosampler zum Mastersizer 2000 zu sehen. Wie bei den meisten Ausstellern konnte auch hier so manches in Aktion gesehen und getestet werden.

Aktuelle Studie über Unternehmensportale Mittelständische Unternehmen planen Intranet-Portale

Eine aktuelle Marktstudie der s+p Software und Consulting AG und Sage KHK zeigt, dass 34 Prozent der mittelständischen Unternehmen in den nächsten drei Jahren ein unternehmensinternes Portal für Mitarbeiter einrichten wollen. Befragt wurden über 250 mittelständische Unternehmen und Verwaltungen in Deutschland mit einer Größe von 100 bis 1000 Mitarbeitern.

Die **Analytik Jena AG** eröffnete eine neue Vertriebsrepräsentanz für den arabischen Markt mit Sitz in Kairo. Außerdem unterzeichnete sie ein Vertriebs- und Lizenzabkommen mit der Phillips International Trading Company mit Sitz in Belgrad, um das Produktsortiment in Jugoslawien unter der Firmierung „Analytik Jena Jugoslawien“ zu vertreiben.

Mitarbeiterportale gehören zu den derzeit am stärksten diskutierten IT-Trends. Viele Unternehmen entscheiden jetzt über die nötige Software, um Unternehmensnachrichten, Informationen über offene Stellen und Mitarbeitermitteilungen digital zur Verfügung zu stellen. Besonders beim Abruf von Bescheinigungen und bei der Urlaubsverwaltung sehen 40 Prozent der Befragten einen gesteigerten oder hohen wirtschaftlichen Nutzen der virtuellen Arbeitsplätze. Zusätzlich zu der schnelleren Information und Kommunikation der Mitarbeiter untereinander befürworten fast 30 Prozent der Befragten, dass auch Abläufe wie Online-Stellenausschreibungen und -bewerbungen über Unternehmensportale möglich werden. Laut Umfrage nutzen bereits jetzt 30 Prozent der untersuchten Mittelständler ein internes Unternehmens-Portal.

NACHRICHTEN & NOTIZEN

Hoffman La Roche hat für 2,25 Milliarden Euro die Vitamin-Division an den zweitgrößten niederländischen Pharmakonzern DSM verkauft. Damit wollen sich die Schweizer verstärkt auf den Bereich Healthcare konzentrieren. In der Vitaminsparte von Roche sind weltweit 7500 Mitarbeiter tätig, die einen Umsatz von rund 2,4 Milliarden Euro erzielen. DSM war schon seit geraumer Zeit auf der Suche nach einem Übernahmekandidaten, nachdem ein Deal mit dem französischen Chemiekonzern Rhodia im Vorjahr fehlgeschlagen war. Das Geld für die Roche-Akquisition wurde durch den Verkauf der Petrochemiesparte an Sabic generiert.

Die BYK-Chemie GmbH, Wesel, ein Unternehmen der ALTANA Chemie AG, hat das Geschäft mit PU-Schaumstabilisatoren von GE Bayer Silicones GmbH & Co. KG, Leverkusen, erworben. Damit gehen die weltweiten Vermarktungsrechte für diese Produkte auf BYK-Chemie über. Finanzielle Details der Vereinbarung wurden nicht mitgeteilt.

Die Rheometric Scientific GmbH hat eine europaweite strategische Allianz mit Shimadzu für den exklusiven Vertrieb der Shimadzu Thermoanalyse-systeme gebildet.

Clariant will bis Ende des Jahres ihre europäischen Dispersion- und weltweiten Dispersionspulver-Geschäfte (mit Ausnahme von Japan) an die Celanese AG zu einem Preis von 213,5 Millionen Schweizer Franken verkaufen. Zu den dann abgegebenen Geschäftseinheiten gehören Produktionsstätten in Deutschland, Schweden, Spanien und Slowenien.

Die Henkel-Gruppe hat die Cemendine U.S.A. Inc., eine Tochtergesellschaft der Cemendine Co. Ltd., Japan, übernommen. Cemendine U.S.A. soll schnellstmöglich mit dem amerikanischen Kleb- und Dichtstoffgeschäft von Henkel zusammengefasst werden und so speziell im nordamerikanischen Wirtschaftsraum produzierende japanische Automobilhersteller ansprechen.

Die Lion Bioscience AG, Heidelberg, wird zum Ende des Jahres den kostenintensiven Geschäftsbereich Wirkstoffforschung aufgeben.

Shell und BASF haben offiziell das Jointventure Ellba Eastern in Singapur eröffnet. Die seit Juli bereits in Betrieb befindliche Anlage ist mit einer Kapazität von 550 000 Tonnen Styrol und 250 000 Tonnen Propylenoxid die größte ihrer Art in Asien (siehe unten, Foto: BASF).



Mineralfarbenindustrie

Der Fachbereich Technische Chemie der Georg-Simon-Ohm-Fachhochschule Nürnberg erhält den einmalig ausgeschriebenen Förderpreis des Verbandes der Mineralfarbenindustrie e.V. (VdMi) von 100 000 Euro. Dr.



Aust

Ulrich Koemm (Bayer AG), Vorstandsvorsitzender der Bayer Chemicals sowie des Verbandes der Mineralfarbenindustrie übergab den Scheck an Prof. Dr. Eberhard Aust vom Fachbereich Technische Chemie.



Koemm

LEICA Dr. Gerhard Kleineidam (52) ist neuer Vorstandsvorsitzender von Leica Microsystems AG, Wetzlar. Der promovierte Ingenieur war vor seinem Wechsel zu Leica Microsystems im Vorstand der Diehl-Stiftung & Co, Nürnberg und hat davor mehrere leitende Funktionen in der Robert Bosch GmbH innegehabt.



Kleineidam

EHRUNGEN

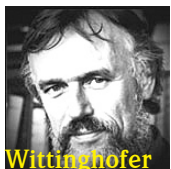
Die Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) ehrte kürzlich vier Wissenschaftler :

Hans Wolfgang Spieß vom Max-Planck-Institut für Polymerforschung in Mainz erhielt die **Liebig-Denkünze** in Anerkennung seiner wegweisenden Arbeiten auf dem Gebiet der Magnetischen Resonanz an Polymeren und anderen molekularen Strukturen.



Spieß

Alfred Wittinghofer vom Max-Planck-Institut für Molekulare Physiologie in Dortmund erhielt die **Richard-Kuhn-Medaille** in Anerkennung seiner bahnbrechenden Arbeiten über die Steuer- und Regelungsmechanismen in lebenden Zellen.



Wittinghofer

Christian Wandrey vom Institut für Biotechnologie II des Forschungszentrums Jülich erhält den **Friedrich-Wöhler-Preis** für Ressourcenschonende Prozesse für seine kreativen Arbeiten auf dem Gebiet der angewandten Bioorganischen Chemie und Bio-Prozessentwicklung.



Wandrey

Ursula Schoch-Grübler von der BASF AG in Ludwigshafen erhält die **Gmelin-Beilstein-Denkünze** in Anerkennung ihrer herausragenden Leistungen als Direktorin der Abteilung Wissenschaftliche Information der BASF AG, für ihren langjährigen beruflichen und ehrenamtlichen Einsatz im Dienste der Patentdokumentation und -information.

Vorbild Natur

Wegen seiner Verdienste auf dem Gebiet der Bionik zeichnet der TÜV Rheinland Berlin Brandenburg



Professor Dr. Werner Nachtigall mit dem diesjährigen **Internationalen Rheinland-Preis für Umweltschutz** aus. Der gebürtige Sudetendeutsche, der seit 1969 als Ordinarius für Zoologie an der Universität des Saarlandes in Saarbrücken arbeitet, zählt zu den herausragenden Bionik-Experten in Deutschland. Erste Anfänge dieser Wissenschaft reichen weit zurück: So orientierte sich schon Leonardo da Vinci bei der Konstruktion seiner Flugobjekte am Flügelschlag der Vögel. Weiteres Beispiel ist der Barthlott'sche Lotuseffekt zur Selbstreinigung von Oberflächen.

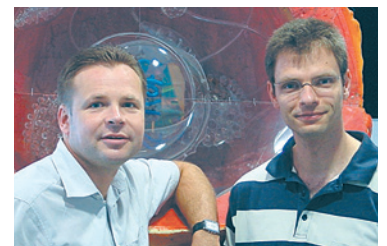
Lebensmittelchemiker ausgezeichnet

In einer Festsitzung anlässlich des Deutschen Lebensmittelchemikertags verlieh die Lebensmittelchemische Gesellschaft, Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker, die **Adolf-Juckenack-Medaille** an **Gundula Thomas** aus Dresden. Damit werden ihre großen Verdienste um die Zusammenführung der Lebensmittelchemie und um die Integration der Lebensmittelchemikerinnen nach der Vereinigung der beiden deutschen Staaten anerkannt und gewürdigt. Den **Bruno-Roßmann-Preis** der Lebensmittelchemischen

Gesellschaft erhielten zu gleichen Teilen die Lebensmittelchemiker **Dr. Holger van Lishaut** (Ludwigshafen) und **Dr. Roland Perz** (Stuttgart) für ihre Untersuchungen zur selektiven Rückstandsanalytik von Dithiocarbamat-Fungiziden in pflanzlichen Lebensmitteln. Die **Josef Schormüller-Gedächtnisstiftung** verlieh ein Stipendium an den Lebensmittelchemiker **Dr. Andreas Schieber** (Stuttgart-Hohenheim) für einen Aufenthalt an der Oregon State University in Corvallis/USA. Dort wird er weiter über die antioxidative Kapazität von natürlichen Phenolen, deren Gewinnung bei der Obst- und Gemüseverarbeitung sowie deren analytische Bestimmung zur Qualitäts- und Authentizitätskontrolle pflanzlicher Lebensmittel forschen. Den **Stockmeyer-Wissenschaftspreis** erhielten in Frankfurt zu gleichen Teilen **Dr. Julia Gelbert** (Berlin) für ihre Arbeiten zum Risikomanagement in der Lebensmittelwirtschaft und **Dr. Hans-Ulrich Humpf** (Würzburg) für seine Forschungen auf dem Gebiet der Mykotoxin-Analytik in Lebensmitteln.

Kommunikationspreis

Dr. Ulrich Scheller (links) und Dr. Christian Unger vom Glä-



sernen Labor Berlin-Buch sind die diesjährigen Preisträger des mit 1000 Euro dotierten **Kommunikationspreis 2002** der Gesellschaft für Biochemie und Molekularbiologie (GBM) e.V.. Mit dem in dieser Form einmaligen Preis zeichnet die GBM Personen aus, die besonders erfolgreich zu einem besseren Verständnis der Biochemie und der Molekularbiologie in der Öffentlichkeit beigetragen haben.

Umweltpreise gesucht

Das Umweltbundesamt (UBA) und die Clemens Hölter GmbH haben eine aktuelle Übersicht etwa der 200 wichtigsten deutschen und internationalen Umweltpreise zusammengestellt. Unter www.umweltpreise.de finden Interessierte Antworten auf Fragen nach Teilnahmebedingungen, der Dotierung und der Jury. Auch eigene Preise können angemeldet werden.

und Kommunikatoren...

Zum vierten Mal schreibt die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) den Communicator-Preis, Wissenschaftspreis des Stifterverbandes für die Deutsche Wissenschaft, mit einer Preissumme von jetzt 50 000 Euro aus. Der Communicator-Preis richtet sich an Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler aller Fachrichtungen, die ihre Forschungsarbeiten und deren Ergebnisse für die Öffentlichkeit verständlich und nachvollziehbar machen. Bewerbungen sollten bis zum **31. Dezember 2002** bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft eingegangen sein.

...Naturforscher...

Der Arbeitsausschuß „Niedermolekulare Naturstoffe mit biologischer Aktivität“ im Forschungsausschuß Biotechnologie der Dechema e.V. schreibt die Vergabe des Nachwuchswissenschaftler-Preises für Naturstoff-Forschung aus. Die Auszeichnung geht an herausragende junge Wissenschaftler/innen, die mit richtungweisenden Arbeiten auf den verschiedenen Arbeitsfeldern der Naturstoff-Forschung hervorgetreten sind, insbesondere auf Grenzgebieten zwischen Biologie und Chemie. Bewerbungen und Vorschläge mit einer kurzen Darstellung der wissenschaftlichen Arbeiten und einer Kurzbiographie sind bis zum **15. November 2002** einzureichen.

...Pneumologen...

Bis zum **15. Dezember 2002** haben junge Wissenschaftler erneut die Chance, sich für das mit 12 800 Euro ausgestattete Forschungsstipendium für Atemwegserkrankungen zu bewerben. Mit diesem Stipendium möchte Glaxo Smith Kline zusammen mit der Deutschen Atemwegsliga den wissenschaftlichen Nachwuchs in der Pneumologie fördern. Teilnahmeberechtigt sind approbierte Ärzte beziehungsweise junge Wissenschaftler mit einer vergleichbaren naturwissenschaftlichen Qualifikation, zum Beispiel Pharmazeuten, Biochemiker, etc.. Die Altersgrenze liegt bei 35 Jahren. Die Stipendiaten müssen einer Klinik/einem Institut in Deutschland angehören und dürfen nicht gleichzeitig bereits durch eine andere Institution für das entsprechende Vorhaben gefördert werden.

...Mikroskopbilder...

Bio-Rad, Hersteller von Laserrastermikroskopen, veranstaltet in Zusammenarbeit mit dem Journal of Cell Biology einen Bildwettbewerb. Einsendeschluß für Benutzer konfokaler und Multiphoton Systeme ist der **15. Oktober 2002**. www.microscopy.bio-rad.com/latestnews/competitions.htm.

...Hochschulen...

Mit dem neuen Förderprogramm „Internationalität der Forschung“ möchte die Alfred Krupp von Bohlen und Halbach-Stiftung deutsche Hochschulen dabei unterstützen, sich in der internationalen Wissenschaftslandschaft stärker zu profilieren. Alle Hochschulen sind aufgerufen, sich bei der Stiftung um Mittel bis zu einer Million Euro zur Ergänzungsfinanzierung für einen international ausgerichteten naturwissenschaftlichen Lehrstuhl zu bewerben.

... „Investoren“ ...

Henkel bietet seinen Mitarbeitern erneut die Möglichkeit, sich am weltweiten Aktienprogramm zu beteiligen. Für jeden Euro, den ein Mitarbeiter in Henkel-Vorzugsaktien investiert legt das Unternehmen 50 Cents dazu. Vom **7. bis zum 31. Oktober** können sich die Mitarbeiter für die Teilnahme im Jahr 2003 festlegen.

...Chemielehrer...

Die Fachgruppe Chemieunterricht in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) schreibt für das Jahr 2003 drei Preise aus, mit denen die Fachgruppe Personen auszeichnen möchte, die sich durch herausragende Leistungen zur Förderung des Chemieunterrichts und des Experimentalunterrichts besonders hervorgetan haben. Einsendeschluss für alle Preise ist der **1. Februar 2003**



... und überhaupt gute Ideen

Studierende aller Fachbereiche können sich am Ideenwettbewerb des Centrums für Hochschulentwicklung (CHE, getragen von Hochschulrektorenkonferenz und Bertelsmann Stiftung) beteiligen. Insgesamt werden Preisgelder in Höhe von 15 000 Euro vergeben. Unter dem Motto „Küss die Uni wach – Ideen für die Hochschule von morgen“ werden innovative Vorschläge und Konzepte zur Hochschulreform aus Sicht der Studierenden gesucht. Einsendeschluss für die maximal zehneitigen Konzepte ist der **28. Februar 2003**. www.kuess-die-uni-wach.de.

Coulometrische Bestimmung des Schwefelgehaltes

Jörg Wylamrzy; Alfred Golloch; Johannes Kupka

Die Bedeutung nachweisstarker Analysenmethoden zur Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes spiegelt sich derzeit in der Diskussion der EU-Mitgliedsstaaten über eine Reduktion der Schwefelgehalte in Benzin und Dieselmotortreibstoff wider. Von Wichtigkeit ist zum Beispiel die coulometrische Bestimmungsmethode. Sie erlaubt die Analyse einer sehr großen Anzahl der unterschiedlichsten Proben mit einem Minimum an Probenvorbereitung. Die Einflüsse der häufig grundverschiedenen Matrices werden dabei durch die Verbrennung bei hoher Temperatur im Sauerstoffstrom eliminiert. Gleichzeitig sind die Ergebnisse in ihrer Richtigkeit und Präzision vergleichbar mit denen von automatischen Elementanalysatoren auf Basis von Wärmeleitfähigkeits- oder IR-Detektoren. In dieser Arbeit wird die Absolutmethode Coulometrie eingesetzt, um den Schwefelgehalt von thermisch behandeltem Polyvinylchlorid (PVC) zu bestimmen. Das Polymer enthält unterschiedliche Konzentrationen von Zinksulfid, welches eine flammhemmende und rauchreduzierende Wirkung in PVC aufweist. Es soll versucht werden, die Beteiligung des Schwefels aus dem Zinksulfid an der flammhemmenden Reaktion auszuschließen.

Umfangreiche nicht veröffentlichte Untersuchungen der Firma Sachtleben Chemie GmbH über das thermische Verhalten von unstabilisiertem PVC mit Zusatz von verschiedenen anorganischen Verbindungen haben gezeigt, dass die Gegenwart von Zinksulfid zu einer Herabsetzung der Brennbarkeit des Polymers führt. Als Methode zur Einstufung der Proben nach ihrer Brennbarkeit wurde die Bestimmung des Limi-

ting Oxygen Index (LOI) [1] verwendet. Er gibt den minimalen Sauerstoffgehalt der Atmosphäre in Prozent an, bei dem eine Probe mit sichtbarer Flamme zu brennen beginnt. Es stellte sich heraus, dass schon die Zugabe von nur einigen Prozent Zinksulfid eine Veränderung des thermischen Zersetzungsverhaltens von Hart-PVC bewirkt. Dabei wurden erwünschte Eigenschaften, wie hohe Elastizität und gute Farbstabilität nicht beeinträchtigt. Einige erwünschte Effekte, wie die Verringerung der Rauchgasdichte während der thermischen Zersetzung des Kunststoffes werden durch die Zugabe von Zinksulfid möglich. Ein Teil der Untersuchungsergebnisse der PVC-Brennbarkeit kann der Tabelle 1 entnommen werden.

Auffällig ist, dass in unstabilisiertem Hart-PVC mit einem Zusatz von 10 % ZnS (P1) eine ähnliche Herabsetzung der Brennbarkeit erreicht wird wie mit der gleichen Menge Sb_2O_3 (P2). Sb_2O_3 wird heute als unverzichtbarer Flammhemmer in PVC-Rezepturen verwendet [2], ist aber aufgrund der hohen Giftigkeit von Antimonverbindungen umstritten. Bemerkenswert ist ebenfalls die offensichtlich synergistische Wirkung beider Additive. Der maximale Flammenschutz wird bei der Probe P3 erreicht, dem 10 % eines Stoffgemisches aus gleichen Teilen Sb_2O_3 und ZnS zugesetzt wurde. Zusätzlich zur Herabsetzung der Brennbarkeit beeinflusst ZnS die Menge der beim Abbrand gebildeten Rauchgase und Rauchgaspartikel. Wie in Abbildung 1 dargestellt, wird bei Zusatz von einigen Prozent ZnS die Bildung von Rauchgaspartikeln gegenüber zusatzfreiem PVC um circa 2 % abgesenkt. Der Zusatz einer gleichgroßen Konzentration von Sb_2O_3 hingegen führt zu einer drastischen Erhöhung der Rauchgasbildung. Dies

Tabelle 1: Brennbarkeit (ASTM D2563 [1]) einiger PVC-Proben mit flammhemmenden Zusätzen

Probe	Beschreibung	LOI [%O ₂]
P1	Hart-PVC + 10 % ZnS	56
P2	Hart-PVC + 10 % Sb_2O_3	55
P3	Hart-PVC + 5 % ZnS + 5 % Sb_2O_3	60
P4	Hart-PVC ohne Zusätze	45



Die Autoren:

Der Diplomchemiker Jörg Wylamrzy (siehe Bild) und Prof. Dr. Alfred Golloch sind an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg, Fakultät 4, Instrumentelle Analytische Chemie.

wylamrzy@lims.uni-duisburg.de; golloch@lims.uni-duisburg.de

Prof. Dr. Johannes Kupka ist bei der Firma Behr Labor-Technik GmbH beschäftigt.

kupka@behr-labor.de

konnte in Versuchen mit einer einfachen Thermolyseapparatur und nachgeschaltetem Filter bewiesen werden.

Wenngleich mit verschiedenen Untersuchungsmethoden (GC/MS, MS mit direktem Probeneinlass, Pyrolyse-IR und andere) deutliche Hinweise darauf gesammelt werden konnten, dass der Mechanismus der flammhemmenden Wirkung von ZnS in PVC in der kondensierten Phase stattfindet, gibt es eine große Vielzahl von ungeklärten Fragen bei der Beschreibung des sich thermisch zersetzenden Systems. Eine dieser Fragen ist das Verhalten des Schwefels während einer thermischen Belastung. In Voruntersuchungen mit einem Ofen und nachgeschalteten Absorptionsfallen zum Auffangen der Zersetzungsgase konnte gezeigt werden, dass sich bei einer Temperatur von circa 300 °C und einer Thermolysezeit von einer Stunde lediglich 20 % des Schwefelgehaltes einer Probe verflüchtigten. Die Verflüchtigungsrate stieg bei weiterer Temperaturerhöhung oder verlängerter thermischer Einwirkungszeit an, erreichte aber erst bei Temperaturen über 600 °C nach einer Stunde nahezu 100 %. Um genaue Aussagen darüber machen zu können, wie sich die Schwefelkonzentration im PVC-Feststoff mit der Temperatur ändert, waren also weitere Untersuchungen notwendig.

Zu diesem Zweck wurden Proben aus einem handelsüblichen und industriell einsetzbaren Polyvinylchlorid und den Additiven ZnS und Sb₂S₃ hergestellt und bei verschiedenen Temperaturen vorbehandelt, um anschließend den noch verbliebene Schwefelgehalt im Thermolyserückstand coulometrisch zu bestimmen. Dabei erwies sich die coulometrische Bestimmungsmethode als sehr flexibel und gut auf das aktuelle Analysenproblem anpassbar.

Theoretische Grundlagen der Coulometrie

Unter dem Begriff Coulometrie sammelt man eine Gruppe von Analysenmethoden, bei denen ein Analyt elektrochemisch zwischen einer Arbeits- und einer Gegenelektrode in eine andere Oxidationsstufe überführt wird. Alternativ kann ein Reagenz zur Umsetzung mit einem Analyten elektrolytisch erzeugt werden. Die dafür benötigten Ladungsmenge Q ist der Stoffmenge des umgesetzten Analyten proportional und wird zur Berechnung der Analytkonzentration verwendet. Da bei hundertprozentiger Stromausbeute und ohne parallel ablaufende Nebenreaktionen eine Kalibration mit Referenzstandards nicht notwendig ist, spricht man von einer Absolutmethode. Weil sich kleine Ströme sehr genau bestimmen lassen, ist die relative Messunsicherheit in der Coulometrie kleiner als 0,01 % [3]. Die Nachweisgrenze ist sehr klein. Bei Ladungsmengen von wenigen μC ist es deshalb möglich, Stoffmengen von ungefähr 10⁻¹¹ mol in Elektrolytvolumina von nur 50 μL zu bestimmen [4].

Die theoretischen Grundlagen der Coulometrie [5-10] beruhen auf dem Faradayschen Gesetz. Es beschreibt den Zusammenhang zwischen der bei einer Elektrolyse umgesetzten Stoffmenge n und dem in der Reaktionszeit t benötigten elektrischen Strom I beziehungsweise der Ladungsmenge Q.

$$n = \frac{\int I dt}{zF} = \frac{Q}{zF} \quad (1)$$

n = umgesetzte Stoffmenge in mol

I = Stromstärke in A

t = Zeit in s

z = Anzahl der pro Teilchen umgesetzten Elektronen

F = Faraday-Konstante (96485,3 As/mol) [11]

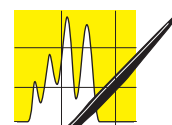
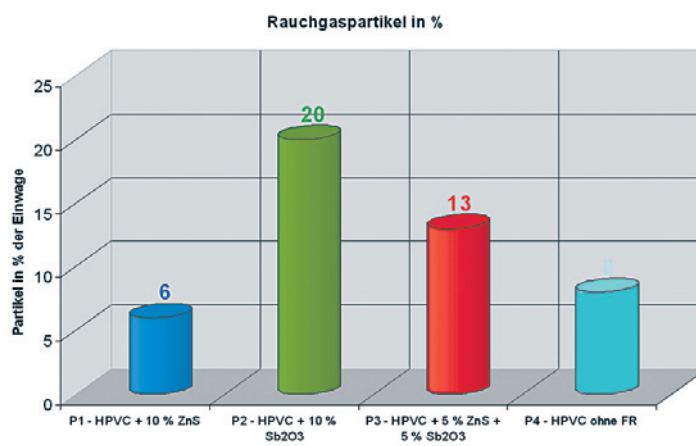
Q = Ladungsmenge in As

Man unterscheidet bei coulometrischen Bestimmungen zwischen zwei Techniken: Während bei der potentiostatischen Coulometrie das Elektrodenpotential der Arbeitselektrode gegenüber einer Gegenelektrode konstant gehalten wird, erfolgt die galvanostatische Coulometrie bei konstantem Elektrolysestrom. Beide Versuchsaufbauten haben gemeinsam, dass zur Vermeidung von Rückreaktionen der Anoden- und der Kathodenraum durch ein Diaphragma voneinander getrennt sind.

Potentiostatische Coulometrie

Der Messaufbau der potentiostatischen Coulometrie verwendet eine Drei-Elektrodenanordnung, bestehend aus einer Arbeits-, einer Gegen- und einer Bezugselektrode (Abbildung 2 b)). Das Potential (Spannung) der Arbeitselektrode gegen die Gegenelektrode wird durch den Aufbau einer stromausgleichenden Schaltung (Potentiostat) konstant auf einem Wert gehalten, bei dem der Analyt reagiert. Im Verlauf der Elektrolyse sinkt die Analytkonzentration, bedingt durch die elek-

Abbildung 1: Menge der bei der Thermolyse der Proben P1 bis P4 gebildeten Rauchgaspartikel



AUFSÄTZE

trochemische Stoffumsetzung. Dies hat eine Zunahme des elektrischen Widerstandes der Elektrolyselösung zur Folge und führt nach dem Ohmschen Gesetz bei konstantem Potential U zu einer Abnahme der Elektrolysestromstärke I . Dabei folgt der Strom dem in Abbildung 2a) dargestellten Verlauf und nähert sich exponentiell dem Nullwert.

Gemäß

$$Q = \int_0^t I dt$$

wird die umgesetzte Ladungsmenge Q als Integration des zeitlichen Verlaufs der Stromstärke berechnet. Das entspricht der Fläche unter der Kurve. In der elektronischen Schaltung übernimmt der Integrator die Aufgabe der Ladungsberechnung. Der Endpunkt der Elektrolyse kann erkannt werden, indem ein kleinster Elektrolysestrom von zum Beispiel 0,1 Prozent des Anfangswertes als Indikator gesetzt wird.

Die potentiostatische Arbeitsweise ist ideal für die coulometrische Bestimmung kleinster Analytkonzentrationen. Daher hat die Methode Bedeutung in der Analyse von kleinen Edelmetall- und Actinoid-Konzentrationen. Sie benötigt kein zusätzliches Indikationsverfahren zur Endpunkterkennung und kann mehrere Analyten mit weit auseinander liegenden Halbstufenpotentialen nacheinander bestimmen. Ein Nachteil ist der große Zeitbedarf der Elektrolyse, der sich jedoch durch optimierte Elektrolysebedingungen relativieren lässt. Hierzu wählt man eine große Elektrodenoberfläche in einem kleinen Elektrolytvolumen und rührt die Lösung intensiv. Die Beheizung der Elektrolysezelle vergrößert den Diffusionskoeffizienten und trägt damit ebenfalls zur Zeitreduktion bei.

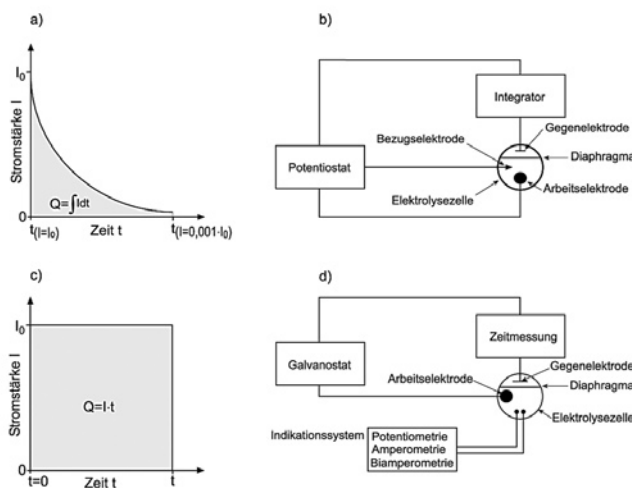
Galvanostatische Coulometrie

Die galvanostatische Coulometrie verwendet die in Abbildung 2 d) dargestellte Vier-Elektrodenanordnung. Ein Galvanostat sorgt dabei unabhängig von der Analytkonzentration in der Elektrolysezelle für einen konstanten Stromfluss zwischen Arbeits- und Gegenelektrode. Im Unterschied zur potentiostatischen Coulometrie ist bei der galvanostatischen Coulometrie ein Indikationssystem zur Erkennung des Endpunktes der Elektrolyse notwendig, da ein Abfall der Stromstärke nicht mehr stattfindet. Hierfür kommen verschiedene elektrochemische Verfahren wie zum Beispiel die Potentiometrie, Amperometrie oder die Biamperometrie in Frage, für die jeweils zwei zusätzliche Elektroden nötig sind.

Da bei der galvanostatischen Coulometrie der Strom mit einem Galvanostaten auf einem genau bekannten, konstanten Wert gehalten wird, ist das einfache Produkt der Stromstärke und der Zeit, die man bis zum Erreichen des Endpunktes benötigt ($Q = I \cdot t$), direkt proportional zur umgesetzten Stoffmenge (Abbildung 2 c)).

Der Vorteil der galvanostatischen Messmethode liegt in einer kurzen Analysendauer, denn der Strom wird unabhängig von der Konzentration des Analyten auf einem konstanten, hohen Niveau gehalten. Eine quantitative Umsetzung des Analyten ist jedoch nicht möglich, weil bei kleinen Analytkonzentrationen eine unvermeidliche Konzentrationspolarisation eintritt und eventuelle Nebenreaktionen, wie die Elektrolyse von Nebenbestandteilen der Analysenlösung oder des Lösungsmittels (meistens Wasser) stattfinden können. Die Stromausbeute ist dann nicht mehr 100 Prozent und das Faradaysche Gesetz gilt nicht mehr für den Analyten.

Abbildung 2: Strom-Zeitkurven und Prinzipaufbauschemas der coulometrischen Messverfahren [5] – a) b) Potentiostatische Coulometrie und c) d) Galvanostatische Coulometrie



Mikrocoulometrische Titration

Die coulometrische Titration kann als indirektes Verfahren betrachtet werden, bei dem der Analyt nicht direkt an der Elektrode umgesetzt wird. Stattdessen wird an der Arbeitselektrode ein Titrationsreagenz elektrolytisch erzeugt, welches quantitativ mit dem Analyten reagiert. Dabei wird vor der eigentlichen Bestimmung mit einem schwachen Generatorstrom ein „Arbeitspunkt“ eingestellt, der einer festgelegten Konzentration an Titriermittel in der Elektrolysezelle entspricht. Eine Indikatorelektrode zeigt diese Konzentration als Spannung an. Gelangt nun eine Stoffkomponente in die Elektrolysezelle, welche Titriermittel verbraucht, wird dies von der Indikatorelektrode registriert. Der Generatorstrom produziert an der Arbeitselektrode weiteres Titriermittel und steigt scharf an. Im Laufe der Titration flacht er dann ab und erreicht am so genannten Endpunkt der Titration erneut den ursprünglichen Anfangswert, der zur Aufrechterhaltung der am Arbeitspunkt vorhandenen Konzentration der Ionen des Titriermittels erforderlich

ist (Variable-Strom-Coulometrie). Ein Beispiel für eine coulometrische Titration ist die Bestimmung von Halogeniden mit Silberionen, die an einer Silberelektrode elektrolytisch generiert werden. Die coulometrische Titration hat gegenüber der klassischen Maßanalyse zahlreiche Vorteile. Die zwei wichtigsten Vorteile sind die sehr viel größere Analysengenauigkeit und damit verknüpft sehr viel kleinere Nachweisgrenzen. Hinzu kommt, dass Arbeitsschritte, wie die Titerbestimmung, durch in situ Erzeugung der Titrationsreagenzien komplett entfallen. Die Voraussetzungen für die Durchführung von coulometrischen Titrationsen sind, dass die Stöchiometrie der Reaktion des Analyten mit dem Titrationsreagenz bekannt ist, der Grad der Umsetzung 100 % beträgt und die Reagenzgenerierung mit hundertprozentiger Stromausbeute verläuft.

Die coulometrische Bestimmung von Schwefel in Feststoffen ist ein weiteres Beispiel einer coulometrischen Titration und wird im Folgenden näher erläutert.

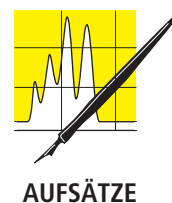
Aufbau und Prinzip eines coulometrisch arbeitenden Schwefel-Analysators

Die Methode der coulometrischen Titration zur Analyse des Gesamtschwefelgehaltes in Feststoffen und Flüssigkeiten ist ein Beispiel für ein indirektes coulometrisches Verfahren und beruht letztlich auf der kathodischen Generierung von Hydroxid-Ionen. Es ist in einigen käuflichen Analysengeräten, wie zum Beispiel im CS30HT der Firma Behr Labor-Technik in Düsseldorf (Abbildung 3), realisiert worden. Das Gerät besteht aus der Kombination eines Hochtemperatur-Röhrenofens und einem mikroculometrischen Titrierstand.

Das darin verwirklichte Messprinzip geht von der Verbrennung einer Probe im Sauerstoffgas-Strom bei einer Temperatur von typischerweise 1350 °C aus. Dazu wird die Probe über eine Schleuse in das Ofenrohr eingeführt. Bei der hohen Verbrennungstemperatur erfolgt die schnelle und quantitative Oxidation sämtlicher Schwefelbestandteile der Probe zu SO₂. Die Reaktionsgase werden anschließend über eine regelbare Gasförderpumpe durch Staubfallen und Reagenzröhrchen geleitet, welche mit unterschiedlichen Substanzen befüllt werden können und zur selektiven Entfernung von störenden Gaskomponenten wie zum Beispiel Chlorwasserstoff dienen. Das gereinigte Gasgemisch wird in die in Abbildung 4 schematisch dargestellte Titrationszelle eingeleitet, die aus einem Anoden- und einem thermostatisierten Kathodenraum besteht. Beide Halbzellen sind mit Hilfe eines keramischen Diaphragmas leitend miteinander verbunden. Der Kathodenraum enthält eine wässrige Lösung von Na₂SO₄ und einigen Millilitern 30 %igem Wasserstoffperoxid und ist auf einen definierten pH-Wert von beispielsweise 4,2 (Arbeitspunkt) voreingestellt.

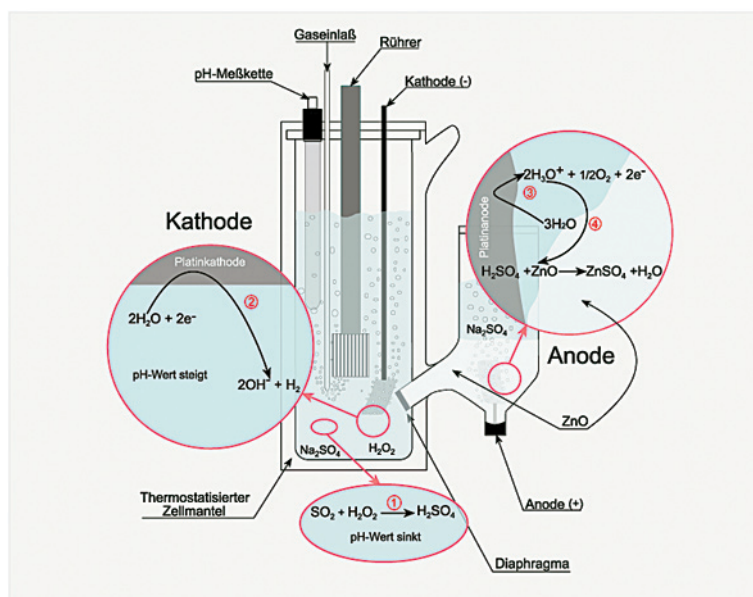


Abbildung 3: CS30HT-Coulometer der Firma Behr, Düsseldorf, zur Gesamt-Schwefelbestimmung in Feststoffen und Flüssigkeiten.



Wasserstoffperoxid ist für das Prinzip der coulometrischen Schwefelanalyse von entscheidender Bedeutung, da es das in den Reaktionsgasen enthaltene SO₂ nach Reaktion 1 (Abbildung 4) quantitativ oxidiert. Dies führt zu einer stöchiometrischen Bildung von Schwefelsäure. Der hundertprozentige SO₂-Umsatz ist dabei sehr wichtig und wird durch Rühren mit einem Hochgeschwindigkeitsrührer unterstützt. Die Dissoziation der entstandenen Schwefelsäure in der wässrigen Lösung führt zu einer Erniedrigung des pH-Wertes. Die Differenz zum pH-Anfangswert kann zur Ermittlung der eingetragenen Schwefelsäuremenge benutzt werden. Die Säurebestimmung erfolgt alkalimetrisch, indem mit einer Lauge titriert wird. Diese Lauge wird bei der coulometrischen Schwefelbestimmung an der Kathode nach 2 in Form von OH⁻-Ionen elektrolytisch generiert, was zu einem erneuten Anstieg des pH-Wertes führt. Der Endpunkt der Titration ist dann erreicht, wenn der pH-Wert den Ausgangswert von 4,2 erneut erreicht. Zu diesem Zeit-

Abbildung 4: Titrationszelle eines coulometrischen Schwefelanalysators (CS30HT) mit den wichtigsten Reaktionen.



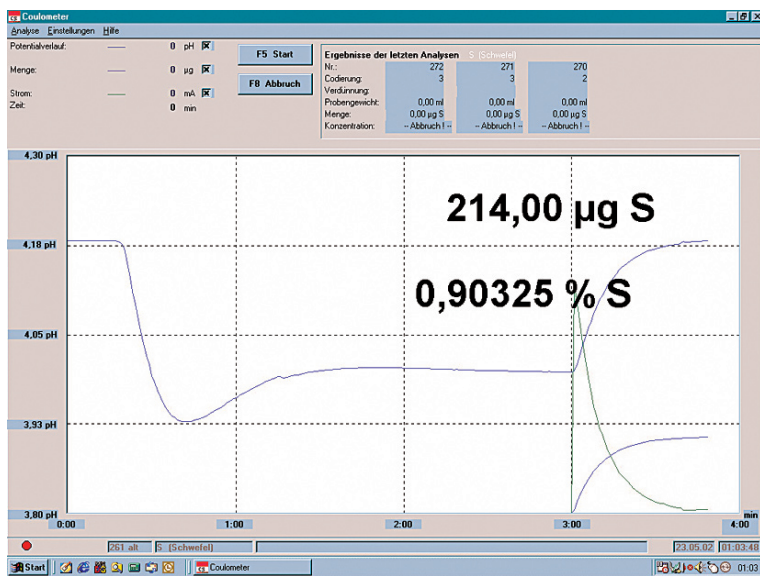


Abbildung 5: Momentaufnahme der Software mit coulometrisch erstellten Kurven der Schwefelbestimmung von PVC4.

punkt wurde die mit 1 gebildete Schwefelsäuremenge quantitativ neutralisiert. Der zur Neutralisation aufgewendete Strom ist nach dem Faraday'schen Gesetz direkt proportional zur umgesetzten Schwefelsäuremenge und damit ein Maß für die absolute Menge an entstandenem SO_2 .

Die Überwachung des pH-Wertes im Kathodenraum ist Voraussetzung für die beschriebene Bestimmungsmethode und erfolgt potentiometrisch mit Hilfe einer pH-Messkette mit eingebauter Referenzhalbzelle. Auf dem Kopf der Messkette ist ein Signalverstärker positioniert, der zur Eliminierung von Interferenzen das Messsignal elektrodennah verstärkt.

Der Anodenraum enthält eine Platinelektrode, an welcher die in 3 formulierte und zur Kathodenumsetzung komplementäre Reaktion abläuft. Als Elektrolyt dient in der Anodenhalbzelle ebenfalls die Na_2SO_4 -Lösung, die jedoch mit ZnO gesättigt wird. Ein Bodensatz von ZnO wird benötigt, um die während der Elektrolyse nach 3 entstandene Säure unter Bildung von Zinksulfat abzufangen 4 und damit ein konstantes Anodenpotential zu gewährleisten.

Die zur Durchführung der oben beschriebenen Methode benötigte Elektronik des CS30HT-Coulometers enthält eine in 256 Stufen digital regelbare Stromquelle. Führungsgröße des für diese Stromquelle entworfenen Reglers ist der aktuelle pH-Wert der Titrationslösung, der potentiometrisch gemessen und mit einem 20 bit-A/D-Wandler elektronisch verarbeitet wird. Die Strommessung wird mit einem 16 bit-A/D-Wandler realisiert. Die Stromintegration über die Zeit, das heißt die Berechnung der akkumulierten Ladung wird auf einem Mikrocontroller durchgeführt. Die Software für die Bedienung, Auswertung und Verwaltung von ermittelten Analyseergebnissen ist für die Betriebssysteme Microsoft Windows 98 und Windows 2000/NT entwickelt worden.

Beschreibung der untersuchten Proben

Zur Herstellung der untersuchten PVC-Proben wurde ein stabilisiertes und mit Füllstoffen versehenes Hart-Polyvinylchlorid verwendet. Das feinpulvrige Polymer wurde mit unterschiedlichen Massen an Zinksulfid-Pulver vermengt (Tabelle 2) und bei einer Temperatur von $160\text{ }^\circ\text{C}$ zu Platten gewalzt. Um die Vergleichbarkeit mit antimonhaltigen Systemen zu gewährleisten, dient in der Probe „PVC7“ ein Gemisch aus Zinksulfid und Antimon-(III)-Sulfid als Additiv.

Die Molmassenverteilung des verwendeten Vinyl-Polymers konnte mit Hilfe der Ausschlusschromatographie und kombinierter Laserlicht-Streudetektion bestimmt werden. Das Gewichtsmittel beträgt $M_w = 96,3\text{ kDa} \pm 2,0\text{ kDa}$. Die Polydispersität als Quotient des Gewichts- und des Zahlenmittels der Molmassenverteilung ist ein Maß für die Uneinheitlichkeit des Polymers und beträgt $M_w/M_n = 3,4$. Die Glasübergangstemperaturen T_g der Proben wurden mit DSC-Aufnahmen gemessen. Sie liegen bei circa $82\text{ }^\circ\text{C}$.

Probenvorbereitung und Analysen

Um eine reproduzierbare Probenvorbereitung durchzuführen, wurden die beim Walzen entstandenen Probenplatten in kleine Schnipsel geschnitten und jeweils circa 1 g in ein Keramikschißchen eingewogen. Die Schißen wurden in die Mitte der beheizten Strecke eines Quarzrohrofens geschoben und jede der Proben aus Tabelle 2 zwanzig Minuten lang bei den Temperaturen $200\text{ }^\circ\text{C}$, $300\text{ }^\circ\text{C}$ und $450\text{ }^\circ\text{C}$ isotherm gehalten. Dabei herrschte ein Luftstrom von konstant 20 l/h im Quarzrohr des Ofens. Mit Hilfe eines Thermoelementes, das in direkter Nähe zum Probenschißchen angebracht wurde, konnte sichergestellt werden, dass die Temperatur des Ofens bis auf $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ konstant blieb. Die so entstandenen 21 Rückstände wurden nach dem Abkühlen erneut gewogen und inklusive der 7 nicht vorbehandelten Proben mit der Kugelmühle „Pulverisette 0“ der Firma Fritsch GmbH zerkleinert und gemahlen.

Anschließend wurde der Gesamtschwefelgehalt der so erhaltenen Proben coulometrisch bestimmt. Dazu wurden Mengen zwischen 15 und 40 mg in einem Keramikschißchen in die heißeste Zone ($1350\text{ }^\circ\text{C}$) des Ofens (Abbildung 3) geschoben. Die durch Oxidation mit Sauerstoff entstandenen Verbrennungsgase wurden zur Trocknung über eine Säule geleitet, welche mit $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ in granulärer Form gefüllt war. Das getrocknete Gas reagierte nach der Einleitung in die Absorptionslösung wie in Abbildung 4 beschrieben. Die Änderung des pH-Wertes diente als Maß für die absolute Menge an entstandenem Schwefeldioxid. Um eine gute Wiederholbarkeit sicherzustellen wurden zu Beginn und nach jeweils ungefähr fünf Messungen Referenzstandards mit bekanntem Schwefelgehalt analysiert. Für jede Probe wurde mindestens eine Doppelbestimmung durch-

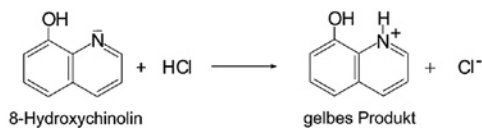


Abbildung 6: Reaktion von 8-Hydroxychinolin mit Chlorwasserstoff.

geführt. Die Standardabweichung, welche auch die Probenvorbereitungsschritte und die Inhomogenität der Proben berücksichtigt, wurde stellvertretend für alle Proben durch Mehrfachbestimmung an PVC4 bestimmt und beträgt 0,04 %. Abbildung 5 zeigt den zeitlichen Verlauf eines Messsignals für Probe PVC4 mit den dazugehörigen Kurven. Der dort dargestellte Titrationsverlauf ist für die Messungen aller in dieser Arbeit untersuchten Polymerproben typisch.

Anhand der blauen pH-Verlaufskurve ist sehr gut die Charakteristik einer coulometrischen Schwefelbestimmung zu erkennen. Die Software wird unmittelbar nach dem Einbringen der Probe in den Ofen gestartet. Nach etwa 20 Sekunden kann eine pH-Absenkung registriert werden, die auf den Eintrag von SO₂ und CO₂ zurückzuführen ist. Das SO₂ führt nach der Reaktion zu Schwefelsäure zur dauerhaften Erniedrigung des pH-Wertes, während sich das CO₂ nach kurzer Zeit wieder verflüchtigt. Der Verlust an Kohlensäure ist an einem erneuten Anstieg des pH-Wertes nach circa einer Minute gut erkennbar. Wenn das gelöste CO₂, unterstützt durch starkes Rühren, quantitativ ausgetrieben wurde, hat die Kurve an dieser Stelle ein gut sichtbares Plateau. Es findet keine Änderung des pH-Wertes mehr statt und die Rücktitration zur Wiederherstellung der ursprünglichen Konzentration der H₃O⁺-Ionen kann begonnen werden. Der Titrationsbeginn ist anhand des steilen Anstiegs und dem nachfolgenden Abfall des Titrierstromes (grüne Kurve) zu sehen, welcher mit der elektrolitischen Generierung von OH⁻-Ionen (siehe 2 Abbildung 4) einhergeht. Diese Generierung führt ebenfalls zu einem steilen Anstieg der blauen pH-Kurve, welche in der Nähe des Endpunktes wieder abflacht. Nach Abschluss einer Bestimmung zeigt die Software direkt die in der Probe enthaltene, absolute und relative Menge Schwefel an, die sich aus dem integrierten Titrierstrom (violette Kurve) ergibt.

Bei der coulometrischen Analyse von PVC-Proben gibt es aber eine Besonderheit. Es ist nämlich zu beachten, dass bei der Thermolyse ab 200 °C ungefähr 50 Massenprozent Chlorwasserstoff entstehen [2, 2-16]. Diese reagieren in der Absorptionslösung ebenfalls sauer und führen zu stark erhöhten, falschen Messwerten. Eine quantitative Abtrennung des Chlorwasserstoffes aus der Gasmischung, ohne den SO₂-Gehalt zu verändern, erreicht man mit Hilfe einer weiteren Säule, die mit 8-Hydroxychinolin gefüllt ist.

Die farblose Substanz reagiert basisch und bindet Chlorwasserstoff mit einer gut sichtbaren Gelbfärbung (Abbildung 6). Da das gelbe Produkt keine basische Wirkung mehr hat, muss nach kompletter Verfärbung der Säulinhalt ausgetauscht werden. Nach der Durchführung der notwendigen Absorption von HCl bei der Thermolyse von PVC lässt sich bei gleicher Probeneinwaage die Größe der pH-Änderung während der coulometrischen Titration allein mit der Variation des Schwefelgehaltes in der Probe erklären.

Ergebnisse der Schwefelbestimmungen

Als Problem bei der Durchführung der Arbeiten stellte sich die Vergleichbarkeit der Ergebnisse heraus. Die Schwefelgehalte der temperaturbehandelten Proben wären nur dann direkt miteinander vergleichbar, wenn sie bei der Probenvorbereitung nur Schwefel verlieren würden oder die übrigen Massenverluste zumindest gleichgroß wären. Da aber aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzungen sogar bei gleicher Temperatur vorbehandelte Proben unterschiedliche Massenverluste aufweisen, ist eine direkte Vergleichbarkeit nicht gegeben. Daher wurden nach dem Abkühlen der Proben die Auswaagen und anschließend der Massenverluste während der Probenvorbereitung bestimmt. Die nachfolgenden Ergebnisse berücksichtigen die jeweiligen Massenverluste, beziehen sich auf die unvorbehandelten Proben und sind direkt miteinander vergleichbar.

Die graphische Darstellung der Ergebnisse ist in Abbildung 7 enthalten. Das Diagramm zeigt den Schwefelgehalt der Proben PVC1 bis PVC7 in Prozent aufgetragen gegen die Temperatur der thermischen Vorbehandlung an. Die Verbindungskurven dienen der besseren Darstellung und wurden von der verwendeten Datenverarbeitungssoftware berechnet.

Bei den untersuchten Proben PVC1 bis PVC6 handelt es sich um gleichartige Mischungen von

Tabelle 2: Untersuchte Proben und deren Zusammensetzung.

Probe	Zusammensetzung	Berechneter Schwefelgehalt
PVC1	PVC ohne Zusätze	0%
PVC2	PVC + 1% ZnS	0,32%
PVC3	PVC + 2% ZnS	0,64%
PVC4	PVC + 3% ZnS	0,96%
PVC5	PVC + 5% ZnS	1,60%
PVC6	PVC + 10% ZnS	3,20%
PVC7	PVC + 1% ZnS + 9% Sb ₂ S ₃	2,88%



PVC mit unterschiedlichen Konzentrationen des Weißpigmentes ZnS (Tabelle 2). Lediglich PVC7, enthält zusätzlich zu 1 % ZnS noch 9 % Sb_2S_3 . Die aus den Zusammensetzungen berechneten theoretischen Schwefelkonzentrationen der Proben ohne thermische Behandlung (Tabelle 2) stimmen mit den coulometrisch bestimmten Werten überein. Kleine Abweichungen lassen sich auf Inhomogenitäten in der Mischungszusammensetzung zurückführen. Bei PVC5 beträgt die Differenz jedoch 0,25 % und PVC7 weist mit 2,28 % Schwefel ebenfalls einen großen Unterschied zum errechneten Wert von 2,88 % auf. Diese Differenzen können zum jetzigen Zeitpunkt nicht erklärt werden. Wahrscheinlich ist aber, dass zumindest im Fall des relativ leichtflüchtigen Zusatzes Sb_2S_3 bereits beim Walzen des Polymers bei 160 °C ein Verlust des Additivs entstanden ist. Interessant ist auch, dass PVC1, obwohl ihm bei der Probenherstellung kein ZnS zugesetzt wurde, 0,1 % Schwefel enthält. Da es sich bei dem verwendeten PVC um eine industriell einsetzbare Mischung aus Polymer mit Gleitmittel, Stabilisator, Füllstoff etc. handelt und uns die genaue Rezeptur von jedem der Zusätze nicht bekannt ist, ist dieses Ergebnis aber zu verstehen.

Vergleicht man die in der Abbildung 7 dargestellten und auf die Einwaagen vor der thermischen Belastung bezogenen Schwefelgehalte aller Proben miteinander, so stellt man fest, dass PVC7 nach der Thermolyse bei allen verwendeten Temperaturen jeweils den größten prozentualen Schwefelanteil verliert. Die Schwefelkonzentrationen von PVC7 sind mit den grünen Punkten dargestellt. Es liegt nahe anzunehmen, dass der Schwefel aus Sb_2S_3 sich in größerem Ausmaß an einer gasbildenden Reaktion beteiligt als der Schwefel des ZnS. Erklärt werden kann dies mit dem Mechanismus der thermolytischen Zersetzung von PVC [12-15]. Ab circa 200 °C beginnt der Abbau des Polymers mit der Abgabe von großen Mengen Chlorwasserstoff. Dieser führt entsprechend dem Mechanismus der Flamm-

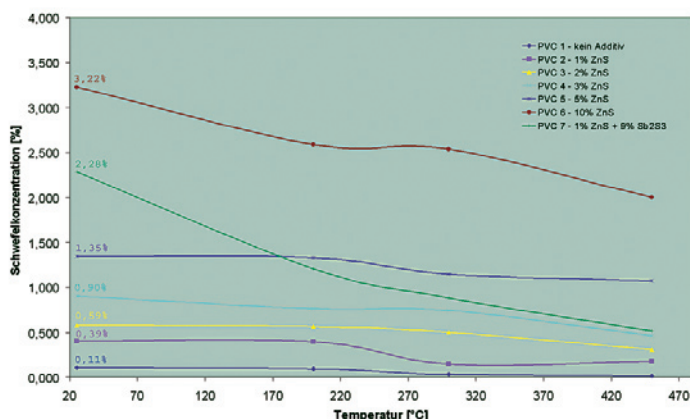
hemmung von Antimonoxid [2] in PVC zur Bildung von sehr leicht flüchtigen Antimonchloriden, die durch den konstanten Luftstrom (20 l/h) über der Probe aus dem Reaktionsraum entfernt werden. Der im Sb_2S_3 enthaltene Schwefel kann durch die vorgelegerten Reaktionen des Antimons in der oxidativen Atmosphäre wahrscheinlich leichter unter Bildung von gasförmigen Verbindungen (z.B. SO_x , S_2Cl_2) reagieren. Diese gasbildenden Reaktionen, die zum relativ hohen Schwefelverlust in PVC7 führen, finden mit ZnS offensichtlich nicht im gleichen Maße statt. Dadurch liegt der prozentuale Schwefelverlust der nur ZnS enthaltenden Proben weit unter dem von PVC7.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse zu den Proben PVC1 bis PVC6 sind wenig Auffälligkeiten erkennbar. Bis auf einige Schwankungen verlaufen die Schwefelkonzentrationskurven in Abbildung 7 ungefähr parallel zueinander. Erwartungsgemäß hat PVC1, aufgrund seiner sehr kleinen Ausgangskonzentration nach der Thermolyse bei 450 °C den höchsten prozentualen Schwefelverlust dieser Proben aufzuweisen. Ein besonderer Trend, der auf ein bestimmtes Verhalten des Schwefels bei der Zersetzung von PVC hinweist, ist mit diesen Ergebnissen nicht erkennbar.

Zusammenfassung

Die Änderung des Schwefelgehaltes in mit Zinksulfid dotiertem Hart-PVC nach der Thermolyse bei verschiedenen Temperaturen wurde mit der coulometrischen Schwefelanalyse untersucht. Diese Bestimmungsmethode erwies sich als sehr gut geeignet, da die schwierig zu handhabenden PVC-Proben schnell und mit hoher Präzision und Richtigkeit untersucht werden konnten. Da die coulometrische Schwefelbestimmung ein indirektes Verfahren ist, das letztlich auf einer coulometrischen Säure/Base-Titration beruht, stört der bei thermischer Zersetzung von PVC entstehende Chlorwasserstoff die Analyse erheblich. Mit Hilfe von 8-Hydroxychinolin konnte es aber selektiv und quantitativ aus den Zersetzungsgasen entfernt werden. Leider lässt sich aufgrund der erhaltenen Ergebnisse keine Aussage über eine aktive Beteiligung des Schwefels aus dem ZnS an einer flammhemmenden Reaktion während der PVC-Zersetzung machen. Mit den Ergebnissen der Schwefelbestimmungen konnte aber gezeigt werden, dass mit ZnS dotiertes PVC bei thermischer Belastung weniger Schwefel verliert als gleichartige Proben, die hauptsächlich Sb_2S_3 enthalten. Eine Beteiligung des Schwefels aus dem ZnS an einer flammhemmenden Reaktion müsste damit mit einem anderen Reaktionsweg erfolgen als eine Beteiligung des Schwefels aus Sb_2S_3 . Zusätzlich wird deutlich, dass für die Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes auch von schwierigen Proben die Coulometrie eine attraktive und einfach zu handhabende Bestimmungsmethode ist.

Abbildung 7: Schwefelgehalt von PVC mit zugesetztem ZnS und Sb_2S_3 nach der Thermolyse bei unterschiedlichen Temperaturen



Literatur

- [1] American Society for Testing and Materials, ANSI/ASTM D2863-00, "Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index), 12/2000
- [2] L. I. Nass, „Encyclopedia of PVC“, Dekker Verlag 1985, New York
- [3] D. A. Skoog; J. L. Leary, „Instrumentelle Analytik“, Springer Verlag 1996, Berlin
- [4] K. Camman, H. Galster, „Das Arbeiten mit ionenselektiven Elektroden“ 3. Auflage, Springer Verlag, 1996, Berlin
- [5] K. Camman, „Instrumentelle Analytische Chemie“, Spektrum Akademischer Verlag 2001, Heidelberg, Berlin
- [6] J. J. Lingane, Anal. Chem. 26 522-626 1954
- [7] K. Abresch; J. Claasen, „Die coulometrische Analyse“, VCH, 1961, Weinheim
- [8] F. Ehrenberger, „Quantitative organische Elementaranalyse“, VCH 1991, Weinheim, New York, Basel, Cambridge
- [9] J. Kupka; M. Luitjens; V. Grinewitschus; K. Dalsäß, Fresenius Z. Anal. Chem. 347 87-91 1993
- [10] M. Luitjens; J. Kupka; D. Gherban; E. Baumgarten, Fresenius Z. Anal. Chem. 357 582-588 1997
- [11] Handbook of Chemistry and Physics, CRC-Press 76. Auflage, 1995
- [12] B. Rånby, J. F. Rabek, G. Canbäck, „Investigation of PVC Degradation Mechanism by ESR Spectroscopy“, J. Macromol. Sci. Chem. A12(4), 587-608 1978
- [13] A. J. Arleman, „Thermal and Oxidative Decomposition of Polyvinyl Chloride“, J. Polym. Sci. 12, 547 1954
- [14] W. J. Bengough, H. M. Sharpe, Macromol. Chem. 66, 31 1963
- [15] D. Braun, „Thermal Degradation of Polyvinyl Chloride“, Pure Appl. Chem. 26, 173 1971
- [16] G. A. Rasuvaev, L. S. Troitskaya, B. B. Troitskii, „Mechanism of Action of Some Stabilizers in the Thermal Degradation of Poly(Vinyl Chloride)“, J. Polym. Sci. A-19, 2673-2688 1971



AUFSÄTZE



Bestimmung von
Kohlenstoff
und
Schwefel
coulometrisch
oder mit
Infrarot-Detektion

- TC, TIC, TOC in festen, pastösen und flüssigen Proben
- Kohlenstoffbestimmung in Feststoffen und Flüssigkeiten
- Kohlenstoffbestimmung in Siliciumkarbid (DIN 51075)
- Kohlenstoffanalyse in Abgasen nach Adsorption an Kieselgel (VDI 3481)
- Dieselmotoremissionen (VDI 2465)
- Dieselrußbestimmung
- Gesamtkohlenstoff und Schwefel in Umweltanalytik, Qualitäts- und Prozesskontrolle
- mit Infrarotofen (max. 1150 °C) oder Hochtemperatur-Widerstandsöfen (max. 1550 °C)

behr-Labor-Technik GmbH • Spangerstraße 8 • 40599 Düsseldorf
Tel.: 0211 – 7 48 47 17 • Fax: 0211 – 7 48 47 48
E-Mail: info@behr-labor.com • Internet: <http://www.behr-labor.com>

behr
Labor-Technik

Bewertung labormedizinischer Untersuchungsergebnisse

Prof. Dr. Karl Heinz Koch, Dortmund

Die qualitätsgesicherte Anwendung von Analyseverfahren, die statistisch begründete Bewertung der Messergebnisse und die damit angestrebte Sicherstellung der Richtigkeit der Analysenwerte sind Fragestellungen, die inzwischen für alle analytischen Fachgebiete, so auch für die Laboratoriumsmedizin (Klinische Chemie) von weitreichender Bedeutung geworden sind [1]. Aber im Vergleich zu allen anderen analytischen Fachbereichen finden sich in der chemisch-analytischen Literatur recht selten Beiträge zu den analytischen Aspekten der Laboratoriumsmedizin. Diese Beobachtung legt daher nahe, dieses Teilgebiet der Analytik einer neueren Betrachtung zu unterziehen und Vergleiche mit anderen Fachgebieten, beispielsweise mit der industriellen Analytik, anzustellen.

Bereits vor 30 Jahren ist in dieser Fachzeitschrift, damals noch „Chemie für Labor und Betrieb“, ein Beitrag zu dem genannten Problemkreis erschienen [2], in dem Wege zur statistischen Qualitätskontrolle mit dem Ziel, diagnostische Fehlschlüsse zu vermeiden, beschrieben wurden. Ferner waren im Deutschen Ärzteblatt zu jener Zeit und in weiteren Jahren Richtlinien und Ausführungsbestimmungen der Bundesärztekammer zur Qualitätssicherung in medizinischen Laboratorien veröffentlicht worden [3], die die Grundlage für eine systematische Überwachung und einheitliche Auswertung der Laboratoriumsuntersuchungen bilden. Außerdem sind danach eine Reihe von Normen und Richtlinien für den Bereich der (analytischen) Klinischen Chemie erschienen, die als allgemein anerkannte Regelwerke zu einer Objektivierung der Untersuchungsergebnisse beitragen.

Die Veränderung im Rechtsempfinden und die damit verknüpften Änderungen der Rechtslage im Gesundheitswesen (wie bei den komplexen Fragen der Produzentenhaftung) haben zu diesen vielfältig zu beobachtenden Aktivitäten geführt und zeigen, dass hier ein für die verschiedensten Lebensbereiche bedeutsamer Problemkreis von bleibender Aktualität vorliegt.



Der Autor:

Prof. Dr. Karl Heinz Koch ist nach langjähriger leitender Tätigkeit in der Stahlindustrie und der Mitarbeit in zahlreichen Fachgremien derzeit Vorstandsmitglied der Gesellschaft zur Förderung der Spektrochemie und angewandten Spektroskopie e.V. in Dortmund, Honorarprofessor an der Technischen Universität Wien und seit 20 Jahren Mitherausgeber der CLB.

Die Klinische Chemie hat vor allem durch die Einführung zahlreicher apparativer Methoden eine ständige Erweiterung ihrer diagnostischen Möglichkeiten erfahren. Dadurch sind die rund 500 routinemäßig eingesetzten quantitativen Bestimmungsverfahren aber nicht überflüssig geworden: Für den diagnostizierenden Arzt sind sie weiterhin unverzichtbar. Denn neben seinen anamnestischen Bemühungen ist er auf die Ergebnisse der labormedizinischen Untersuchungen, von denen sein ärztliches Handeln schließlich mit abhängt, angewiesen. Bereits in mittleren Klinischen Laboratorien werden in der täglichen oder wöchentlichen Routine etwa 100 bis 200 verschiedene Bestimmungsverfahren angewendet, wobei sich die Zahl der täglich erstellten Untersuchungsergebnisse zwischen 500 und 3000 bewegen kann. Dieser Probendurchsatz lässt sich also durchaus mit dem Untersuchungsumfang analytischer Laboratorien in mittleren Industriebetrieben und von öffentlichen Einrichtungen vergleichen. Es wird vorhergesagt, dass in den nächsten Jahren die Laboratorien im Zusammenhang mit der Kostenreduktion und der Effizienzsteigerung im Gesundheitswesen einen erheblichen Zuwachs an Laborleistungen vor allem in den Bereichen verzeichnen werden, die zur Beschleunigung von Diagnostik und Therapie beitragen [4]. Die Rolle, die die mathematische Statistik hinsichtlich der Aussagefähigkeit von Analyseergebnissen als Grundlage für einen medizinischen Befund spielt, soll am Schluss an einigen Beispielen gezeigt werden.

Normen und Richtlinien

In der Klinischen Chemie gehört die Untersuchung komplexen biologischen Materials unterschiedlichster Herkunft zur täglichen Arbeit. Zur Sicherstellung der zum Wohle der Menschen (Patienten) notwendigen Zuverlässigkeit der Untersuchungsergebnisse hat sich schon frühzeitig der Wunsch und die Notwendigkeit nach einer die allgemeinen Normen der Statistik und Qualitätssicherung (siehe DIN 55350) ergänzenden speziellen Standardisierung der in der Routine eingesetzten Analyseverfahren sowie der Verfahren zur Kontrolle der damit erzielten Untersuchungsergebnisse herausgestellt. So werden in der Norm DIN 58 936: „Qualitätssicherung in der Laboratoriumsmedizin“ [5] die Begriffe der Eigenschaften von Laboratoriumsbefunden (Teil 1) und der Maßnahmen zur Sicherung der Zuverlässigkeit von Laboratoriumsbefunden (Teil 2) sowie Begriffe der Statistik (Teil 3) beschrieben. Ferner wird darin die

Protokollierung von Ergebnissen geregelt (Teil 4). An dieser Stelle sollte darauf hingewiesen werden, dass weder im deutschen Sprachraum noch international Einheitlichkeit in der Frage der Definition von „Genauigkeitsbegriffen“ besteht. Trotz der großen Zahl an Normen (Standards) und Veröffentlichungen sowie der Bemühungen mehrerer Fachgremien in Deutschland konnte dadurch keine allgemein anerkannte Sprachregelung bewirkt werden.

Die Besonderheit des hier betrachteten Fachgebietes macht es erforderlich, dass außer den üblichen statistischen Begriffen (siehe zum Beispiel DIN 55 350, Tl. 13/14: „Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik“) eine Reihe weiterer Begriffe, die sich auf die „Befundqualität“ beziehen, geregelt werden. So ist beispielsweise die „Normalität“ das „Maß der Annäherung des an der Probe gewonnenen Messwertes an den häufigsten Messwert, der an Probanden einer Grundgesamtheit sich gesund und physisch einsatzfähig fühlender Menschen gefunden wird“. Zur Beurteilung der Normalität ist es unter anderem üblich, den Ideal-, Grund-, Norm- und Lebendbereich zu unterscheiden, wobei beispielsweise unter letzterem „die Gesamtheit aller Werte, die unter üblichen wie unter extremen physiologischen oder pathologischen Bedingungen bei Menschen vorkommen und mit dem Leben vereinbar sind“, verstanden wird. Dieser Bereich kann nur annähernd erfasst werden und die Grenze des mit dem Leben noch zu Vereinbarenden wird erst durch sorgsame qualitätsgesicherte Beobachtungen beantwortbar. Somit ist die Aussage „gesund“ ein relativer Begriff. Die Norm DIN 58 937: „Allgemeine Laboratoriumsmedizin“ [6] dient dem Zweck, eine einheitliche Anwendung von Begriffen und Benennungen zu erreichen. So wird in Teil 1 eine Einteilung medizinischer Laboratorien festgelegt, während Teil 2 die Gebiete der klinischen Laboratoriumsmedizin beschreibt; die Einteilung der Methoden bildet Teil 3 und Teil 4 enthält die Anforderung an die Beschreibung von Methoden. Schließlich betrifft Teil 5 die Regeln für die Ergebnismitteilung und Teil 6 die Mitteilung von Befunden. Diese Normen werden durch die bereits zitierten Richtlinien und Ausführungsbestimmungen der Bundesärztekammer ergänzt [3].

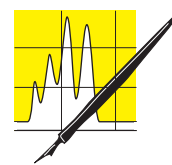
Qualitätssicherung in der Laboratoriumsmedizin

Die ersten weitergehenden Ansätze zur systematischen Qualitätssicherung von Prozessen und Produkten gemäss nationaler Normen und internationaler Richtlinien sind in der Industrie in den 50er Jahren des 20. Jahrh. verbreitet erkennbar und wurden seit den 80er Jahren zu einem wichtigen Faktor in Industrie und Wirtschaft. In der Klinischen Chemie begannen diese Bemühungen verstärkt in den 60er Jahren und fanden in den Folgejahren – nicht zuletzt durch den Erlass des „Eichgesetzes“ (Gesetz über das Meß-

und Eichwesen, Juli 1969) beeinflusst – allgemeine Zustimmung in der Erkenntnis, dass die Einführung anerkannter Qualitätssicherungsmaßnahmen zu einer Verbesserung der Zuverlässigkeit und Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse führt. Die Qualitätssicherung (QS) umfasst dabei alle Tätigkeiten, die zur Erzielung der geforderten „Qualität“ (= Erfüllung festgelegter oder vorausgesetzter Erfordernisse) innerhalb eines Qualitätsmanagementsystems notwendig und verwirklicht sind. Alle Elemente dieses Systems müssen in einem Qualitätsmanagement-Handbuch dokumentiert werden, das den Mitarbeitern des Laboratoriums ständig zur Verfügung steht und ein wirksames Mittel zur Erzeugung einer breiten Akzeptanz und zur verlässlichen Umsetzung in den Laboralltag darstellt.

Zu den QS-Elementen gehören insbesondere alle Maßnahmen zur Sicherstellung der Richtigkeit von Untersuchungsergebnissen. Die erste Voraussetzung, die erfüllt sein muss, um zu „richtigen“ Analyseergebnissen zu gelangen, ist die Einhaltung von Richtlinien (siehe oben!), die summarisch als „Gute Analytische Praxis“ (GAP) bezeichnet werden. Sie umfasst die Voraussetzungen und Maßnahmen, die die Qualität und Zuverlässigkeit der Arbeitsergebnisse gewährleisten. Zu den Grundvoraussetzungen gehört, dass die Laboratoriumsausrüstung dem Stand der Technik und den gestellten Aufgaben entspricht und aufgabenorientiertes qualifiziertes Fachpersonal zur Verfügung steht. Die zu ergreifenden Maßnahmen betreffen die Erstellung von detaillierten Arbeitsanweisungen, die Überwachung ihrer Einhaltung sowie die Kontrolle der Verfahren und Untersuchungsergebnisse. Ein wesentlicher Inhalt dieser Arbeitsanweisungen betrifft die Beschreibung der Probenentnahme und Probenvorbereitung sowie die der Validierung der Analysenverfahren u.a. mit exakten Angaben zur Kalibrierung und zur Verwendung von Referenzmaterialien [7]. Die Qualitätssicherung erleichtert somit den Nachweis, wie ein Analyseergebnis ermittelt und abgesichert wurde und welche Zuverlässigkeit es besitzt.

Besondere Bedeutung bei der Sicherstellung von Analyseergebnissen kommt den Referenzmaterialien zu, die der Kalibrierung und der Kontrolle der Untersuchungsverfahren dienen [1] [7]. Zertifizierte Referenzmaterialien, das heißt solche mit Masseanteilen oder Eigenschaften, die durch einen anerkannten „Zertifizierungsvorgang“ festgelegt worden sind, werden von nationalen oder internationalen Verbänden und Institutionen erstellt und herausgegeben. Die Kriterien für die allgemeine Anerkennung werden aus „Ringuntersuchungen“, an denen besonders ausgewiesene Laboratorien beteiligt sind, abgeleitet [1, 3, 7]. Für die Europäische Kommission produziert, zertifiziert und vertreibt zum Beispiel das Institut für Referenzmaterialien und -messungen (IRMM) in Geel/Belgien inzwischen über 500 reale Referenzmaterialien aus unterschiedlichsten Stoffbereichen. Außerdem befasst sich das IRMM unter anderem mit der



Begriff	Definition nach DIN 55350	Definition nach DIN 58936	Beispiele (1) aus der Laboratoriumsmedizin	Beispiele (2) aus der industriellen Analytik	Merkmale (Einfluss auf Bewertung)
Grundgesamtheit	Gesamtheit der in Betracht gezogenen Einheiten	G. ist die Menge aller Merkmals-träger, über deren Merkmale eine Aussage gemacht werden kann	Gesamtblut eines Menschen; Leber als Gesamtorgan; 24 h-Harn	Massengüter (Schiffs-, Waggonladungen); Inhalt eines chem. Reaktors; Schmelzen	(1) Alter, Geschlecht u. Tagesrhythmus der Probanden, sowie örtliche u. klimatische Gegebenheiten führen zu Unterschieden in den „Normalwerten“. (2) Industrielle Güter i.allg. objektiv feststellbare Eigenschaften; bei Prozessabläufen: variable Stoffzusammensetzungen
Stichprobe, Probe	Eine oder mehrere Einheiten, die aus der Grundgesamtheit oder aus Teilgesamtheiten entnommen werden. (= Eine für das Los repräsentative Materialmenge.)	St. ist ein begrenzter Teil einer Grundgesamtheit. St.St. werden aus der Grundgesamtheit meistens mit geplanter Zufälligkeit gezogen.	Blutentnahme: 10 ml Vollblut	Nach Entnahme durch Verjüngung und evtl. Zerkleinerung erhaltenes Probegut, z.B. 50 g einer Erzprobe; Probe aus einer Schmelze: Probekörper 50 g	
Analyseprobe	Probe, die zur Durchführung einer Einzeluntersuchung vorbereitet ist.	„Stichprobe einer Stichprobe“	0,01 ml Plasma oder Serum	Einwaage von = oder < 0,5 g; < 1 mg bei spektroskopischen Untersuchungen	
Referenzmaterial	Nach VDEh: Substanz, von der eine oder mehrere Eigenschaften so genau festgelegt sind, dass sie zum Kalibrieren und zur Kontrolle von Mess-, Prüf- und Analysenverfahren verwendet werden kann.	Nach DIN 1319: Material oder Substanz mit Merkmalen, deren Werte für den Zweck der Kalibrierung, der Beurteilung eines Messverfahrens oder der quantitativen Ermittlung von Materialeigenschaften ausreichend festliegen.	i.allg. begrenzte Haltbarkeit; Stabilisierung notwendig, die u.U. zu Diskrepanzen mit Patientenproben führen kann.	Bei anorg. Materialien meist nahezu unbegrenzte Haltbarkeit; bei org. Stoffen teils begrenzte Haltbarkeit (Stabilisierung)	
Plausibilität		P. ist das Maß der Annäherung des an einer Probe gewonnenen Messwertes an den Erwartungswert.	Kenntnisse über die den Zustand „gesund“ charakterisierenden Erwartungswerte sind noch lückenhaft. Umfangreiche globale Beobachtungen notwendig.	Erwartungswerte sind bei Kenntnis eines bestimmten Prozesses, der Zusammensetzung der betreffenden Stoffe und der Kenndaten des Analysenverfahrens bekannt.	
Ringversuche		R. dienen der objektiven Überwachung der Richtigkeit von Ergebnissen quantitativer Laboruntersuchungen unter Vergleichsbedingungen.	Verpflichtung zur Teilnahme gemäss der Richtlinien der Bundesärztekammer	Teilnahme als Voraussetzung der Akkreditierung; sonst freiwillig	

Tabelle 1: Vergleich einiger ausgewählter Begriffsinhalte zwischen Laboratoriumsmedizin und industrieller Analytik.

Harmonisierung klinischer Analysen. Ein Abkommen zwischen IRMM und der International Federation of Clinical Chemistry regelt die Zertifizierung von klinischen Referenzmaterialien, wie sie zum Beispiel die europäische In-vitro-Diagnostika-Richtlinie (98/79/EG) fordert.

Die bisher skizzierten QS-Elemente und -Maßnahmen einschließlich der Erarbeitung und Einführung eines Qualitätsmanagementsystems zeigen in keinem Punkt grundsätzliche Unterschiede zwischen der Laboratoriumsmedizin und beispielsweise der industriellen Analytik. Das gleiche gilt auch für die Abfassung eines Qualitätsmanagement-Handbuches, das die Beschreibung aller QS-Maßnahmen und der QS-Elemente des gewählten Qualitätsmanagementsystems enthalten muss und eine wesentliche Grundlage für die Akkreditierung eines Laboratoriums bildet [7] (siehe unten). Die Unterschiede zwischen diesen analytischen Teilgebieten liegen vielmehr in der Art der Probenahme sowie in den Eigenschaften vieler der zu untersuchenden Proben, den zur Kalibrierung und Kontrolle der Analysenverfahren benötigten Referenzmaterialien und zum Teil in der Bewertung der Messergebnisse (Tabelle 1). Während in der industriellen Analytik die „Grundgesamtheit“ zum Beispiel eine in ihren Eigenschaften (praktisch) *unveränderliche* Schiffs- oder Waggonladung eines Massengutes sein kann, stellt in der Klinischen Chemie beispielsweise das gesamte in einem Menschen zirkulierende Blut eine Grundgesamtheit dar, die im Gegensatz zu den gerade genannten Fällen in Abhängigkeit von der Zeit bestimmten Eigenschaftsänderungen unterliegen kann und daher zum Zeitpunkt der Probenentnahme einen „Momentwert“ der Zusammensetzung, in diesem Fall des Blutes, liefert. Bei der medizinischen Beurteilung der so gewonnenen Analyseergebnisse ist unter anderem zu bedenken, dass ein völlig natürlicher Tagesrhythmus der Probanden zwangsläufig periodische Schwankungen von Merkmalswerten verursachen kann. Ferner gilt es, systematische Unterschiede bedingt durch Alter und Geschlecht der Patienten bei der Beurteilung der als „normal“ anzusehenden Werte zu berücksichtigen. Auch kann die Verabreichung diagnostischer und/oder therapeutischer Mittel die Analyseergebnisse beeinflussen.

Die Probenahme in der Klinischen Chemie ist also zwangsläufig stofflich aber auch ethisch anders gelagert als in den anderen Bereichen der Analytik. Hier handelt es sich nicht wie in der industriellen Analytik um eine dem Zufall unterworfenen Probenahme zum Beispiel aus einem Strom eines möglicherweise recht wertvollen Wirtschaftsgutes, sondern um eine Untersuchung, die das Leben oder die Gesundheit eines Menschen (Patienten) bestimmen kann. Dass die Masse einer Stichprobe (Analyseprobe) im letzteren Falle äußerst gering sein oder nicht beliebig oft gewonnen werden kann, ist allerdings nicht spezifisch für die Laboratoriumsmedizin, sondern kann auch in anderen analytischen Teilgebieten, wie zum Beispiel

in der Bioanalytik oder bei werkstoffkundlichen Untersuchungen vorkommen. Das gleiche gilt auch für die Beständigkeit mancher Proben, die instabile Komponenten enthalten und demzufolge eine Stabilisierung erfordern und/oder unter Umständen eine besondere Probenvorbereitung beziehungsweise Lagerung notwendig machen. Ferner besteht auf allen analytischen Gebieten die Forderung, dass Proben, die zur Kontrolle oder Bewertung eines Analysenverfahrens dienen (Referenzmaterialien), dem zu analysierenden Gut so ähnlich wie irgend möglich sein sollen. Dieser Ähnlichkeit sind bei biologischem Material natürlich Grenzen gesetzt und stellen damit ein besonderes Problem der Laboratoriumsmedizin dar. Während sich natives biologisches Material meist schnell verändert, ist bei den entsprechenden Kontrollproben (Referenzmaterialien) eine Stabilität über einen längeren Zeitraum nahezu unabdingbar. Die dazu erforderliche Konservierung kann unter Umständen die geforderte „Ähnlichkeit“ beeinträchtigen und zu Diskrepanzen mit Patientenproben führen. Dieser mögliche Einfluss auf das Untersuchungsverfahren muss demzufolge bekannt sein und bei der Durchführung des Verfahrens und der Bewertung der Ergebnisse berücksichtigt werden.

Akkreditierung medizinischer Laboratorien

Akkreditierung bedeutet zunächst die formelle Anerkennung durch eine autorisierte Organisation, dass eine Körperschaft (zum Beispiel ein industrielles oder klinisches Laboratorium) oder eine einzelne Person die Kompetenz besitzt, bestimmte Aufgaben (zum Beispiel analytische Untersuchungen) auszuführen. Die Akkreditierung von Prüf- und Kalibrierlaboratorien wird in der Norm DIN EN ISO/IEC 17025 [8], die inzwischen die Norm DIN EN 45001 abgelöst hat, geregelt. Die in dieser Norm festgelegten Anforderungen müssen bis Ende 2002 von akkreditierten Laboratorien erfüllt und die Einhaltung muss von Akkreditierungsstellen überprüft werden. Voraussetzung für die Akkreditierung ist die Einrichtung eines Qualitätsmanagementsystems (siehe oben) [7]. Seit etwa zehn Jahren ist die Akkreditierung im gesetzlich nicht geregelten Bereich durch deutsche Akkreditierstellen, die in der Trägergemeinschaft für Akkreditierung GmbH (TGA) zusammengeschlossen sind und einen Teil des Deutschen Akkreditierungsrates (DAR) bilden, möglich. Ergänzend zu der zitierten Norm hat das Sektorkomitee „Medizinische Laboratorien“ der Zentralstelle der Länder für Gesundheitsschutz bei Medizinprodukten (ZLG) gemeinsam mit EURACHEM/D einen Leitfaden formuliert, der grundsätzliche Anforderungen an medizinische Laboratorien enthält und fachspezifische Gegebenheiten berücksichtigt. Ein zu installierendes Qualitätsmanagementsystem muss danach alle labormedizinischen Teilschritte einer Untersuchung, unterteilt in präanalytische, analytische und postanalytische Phasen, umfassen. Teilschritte der prä- und der post-



Tabelle 2:
Gesamt-
Cholesterin-
Bestimmung
im Serum nach
Liebermann-
Burchard.
Umrechnung:
0,02586 mg/dl =
mmol/l

Probe Nr.	Einzelwert x_i [mg/dl]	Einzelwert x_i [mmol/l]	Differenz vom Mittelwert (1) $x_i - \bar{x} = \delta$ [mg/dl]	Differenz vom Mittelwert (2) $x_i - \bar{x} = \delta$ [mmol/l]	Quadrat-zahlen (1) δ^2	Quadrat-zahlen (2) δ^2
1	282	7,3	1	± 0	1	0
2	270	7,0	13	0,3	169	0,06
3	295	7,6	12	0,3	144	0,06
4	284	7,3	1	± 0	1	0
5	243	6,3	40	1,0	1600	1,0
6	248	6,4	35	0,9	1225	0,81
7	318	8,2	35	0,9	1225	0,81
8	314	8,1	31	0,8	961	0,64
9	285	7,4	2	0,1	4	0,01
10	302	7,8	19	0,5	361	0,25
11	271	7,0	12	0,3	144	0,09
Summe	3112	80,4			5835	3,73
Mittelwert \bar{x}	283	7,3				
Standard-abweichung s	24	0,6				
Rel. Standard-abweichung $s_{rel.}$	$\pm 8,5 \%$		Berechnung nach DIN 1319 (3)			

analytischen Phase, insbesondere die medizinische Bewertung der Untersuchungsergebnisse („Befundung“) stellen ärztliche Tätigkeiten dar (s. weiter unten). Die Bedeutung, die dieser Standardisierungsarbeit in der Laboratoriumsmedizin auch international beigemessen wird, ist nicht zuletzt dadurch belegt, dass sich eine eigene europäische Tagungsreihe („Conference on Quality Management in Clinical Laboratories“) mit dieser Problematik befasst.

Ein Akkreditierungsverfahren beginnt mit einem Antrag an eine Akkreditierungsgesellschaft, in dem festgelegt wird, in welchem Umfang sich das Laboratorium akkreditieren lassen will. In diesem ersten Verfahrensstadium, zu dem bereits ein Qualitätsmanagement-Handbuch (siehe oben) vorgelegt werden sollte, werden auch allgemeine Informationen über das Laboratorium (zum Beispiel über Personal und Geräte) eingeholt. Ein Akkreditierer, unterstützt durch Fachgutachter, prüft im weiteren Verlauf die Qualifikation des Personals, die apparative Ausstattung des Laboratoriums für die Durchführung der beantragten Verfahren, die Qualität der Prüfräume und vor allem die kompetente Durchführung der analytischen Untersuchungen. Werden die Voraussetzungen für die Akkreditierung erfüllt, wird eine zeitlich befristete Akkreditierungsurkunde ausgefertigt.

Ob sich ein Laboratorium gleich welcher Fachrichtung durch eine unabhängige Organisation akkreditieren lässt, hängt nicht zuletzt von den Forderungen der Auftraggeber oder von Standesorganisationen nach einem objektiven Nachweis der Kompetenz des Laboratoriums und der Zuverlässigkeit der Untersuchungser-

gebnisse ab, aber auch von dem eigenen Wunsch nach einer unparteiischen Bestätigung der eigenen Leistungsfähigkeit oder einem Nachweis der Qualifizierung zum Beispiel für die Teilnahme an Ringuntersuchungen oder für eine Tätigkeit als „Referenzlaboratorium“ [3]. In diesem Punkt unterscheiden sich medizinische nicht von industriellen Laboratorien. Auch sind der Umfang eines Qualitätsmanagementsystems beziehungsweise der Inhalt eines Qualitätsmanagement-Handbuches für ein medizinisches und ein industrielles Laboratorium zum weitaus überwiegenden Teil die gleichen. Es gibt – wie bereits kurz erwähnt – nur äußerst geringe Unterschiede, meist in Form von speziellen Ergänzungen. So gibt es in der Laboratoriumsmedizin zum Beispiel den Begriff der „präanalytischen Phase“, zu der unter anderem die Patientenvorbereitung zählt, während die übrigen hierzu gerechneten Parameter, wie Probenahmebedingungen, Probenidentifikation oder Probentransport auch für andere Fachbereiche zutreffen und auch dort zu dokumentieren sind. Besonderheiten bei der Probenkennzeichnung sind natürlich die Patientenkenndaten sowie klinische Angaben und therapeutische Maßnahmen. Zum Bereich der „postanalytischen Phase“ gehört neben der analytischen die medizinische Beurteilung, die die Plausibilitätsprüfung des Analysenwertes durch Extremwert-, Konstellations- und Vorwertvergleichskontrolle wie auch einen Vergleich des Analyseergebnisses mit dem Wertebereich eines definierten Vergleichskollektivs umfasst und so zum „Befund“ führt. Letzterer ist schließlich das Ziel der labormedizinischen Untersuchung, der nicht nur die einzelnen Teilschritte des Untersuchungsganges

CLB – Memory

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

Oktober 2002

Notfallchemie:

Signalfarbe **rot** für roten Phosphor

Roter Phosphor wird vor allem in Pulverform vielfältig eingesetzt: Herstellung von Phosphor-Verbindungen, Organische Synthesen, Rauch- und Feuerwerkskörper in der Pyro- und Militärtechnik, Flamm- schutzmittel in Kunststoffen und Textilfasern, Reibflächen für Zündhölzer und ähnliches. Obwohl der rote Phosphor im Gegensatz zum gelben Phosphor ungiftig ist, sind Vergiftungen durch Verunreinigungen nicht auszuschließen. So bilden sich an feuchter Luft aus diesen Verunreinigungen leicht die hochgiftigen Phosphorwasser- stoffe. Weiterhin kann Unter- phosphorige Säure gebildet werden. Aus diesem Grunde muss roter Phosphor unter Luftabschluss beziehungsweise unter Stickstoff oder Edelgas gelagert werden. Gebinde mit rotem Phosphor, auch Klein- mengen, sollen deshalb nur unter Absaugvorrichtungen geöffnet werden.

Roter Phosphor ist nicht wasser- löslich, nicht selbstentzündlich, nicht flüchtig und in allen Löse- mitteln unlöslich, aber leichtent- zündlich und umweltgefährlich. Die eigentliche Gefahr des roten Phosphors liegt in seiner Reak- tionsfreudigkeit, besonders in feinverteilter Form. So genügt die Zufuhr geringer Energiemengen, um roten Phosphor durch Schlag, Reibung oder elektrostatische Aufladung zu entzünden. Explosi- ve Gemische mit rotem Phosphor

sind bekannt, besonders wenn der Phosphor dabei als reduzierender Bestandteil auftritt. So explodiert roter Phosphor in Mischung mit Kaliumchlorat schon bei leichter Berührung mit einer Tiegelfzange.

Feinverteilter roter Phosphor, auch als Staub, ist sehr gefährlich, da bei dessen Entzündung Verpuffungen auftreten. Die Ent- zündungstemperatur von rotem Phosphor liegt je nach Reinheits- grad zwischen 260 und 430 Grad Celsius. Er entzündet sich sofort, wenn man ihn zum Beispiel auf einer Eisenplatte ausbreitet und an einer Stelle mit dem Hammer auf die Eisenplatte schlägt oder wenn man den roten Phosphor aus einer Blechdose auf ein Eisenblech rieseln lässt.

Als Löschmittel gegen Brände von rotem Phosphor sind Wasser mit Sprühstrahl, feuchter Sand und flammfeste Löschdecken ge- eignet. Mit Gasdruck arbeitende Feuerlöscher sind ungeeignet, da sie den Phosphorstaub aufwirbeln können und so zu einer Vergröße- rung des Brandherdes beitragen. Abgelöschte Brände müssen mit Soda- oder Kupfersulfatlösung behandelt werden, um den beim Brand entstandenen gelben Phos- phor unschädlich zu machen.

Beim Arbeiten mit rotem Phos- phor muss neben der üblichen PSA (Persönliche Schutzausrüstung) eine antistatisch ausgerüstete, schwer entflammbare Schutzklei- dung getragen werden.

Roter Phosphor wird mit den Gefahrensymbolen F = Leichtent-

zündlich und N = Umweltgefähr- lich gekennzeichnet. Die R- und S-Sätze lauten:

- R 11 Leichtentzündlich
- R 16 Explosionsgefährlich in Mischung mit brand- fördernden Stoffen
- R 50 Sehr giftig für Wasser- organismen
- S (2) (Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen)
- S 7 Behälter dicht geschlossen halten
- S 43 Zum Löschen Wasser verwenden
- S 61 Freisetzung in die Umwelt vermeiden. **Besondere Anweisungen einholen/ Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen**

Mit Absicht ist der zweite Satz von S 61 fett ausgewiesen wor- den. Denn was alles geschehen kann, wenn die Handlungen von keinerlei Sachkenntnis getrübt sind, zeigt ein schwerer Unfall mit erheblichem Personen- und Sach- schaden. Der Unfallhergang wird wie folgt beschrieben:

Ein Kleinunternehmen bekommt den Auftrag, 2 x 50 Kilogramm ro- ten Phosphor zu mahlen, da sich in den zwei Blechtrommeln der pulverförmige Phosphor verklumpt hatte. Der Betrieb benutzt hierzu offene Mühlen (Reibmühlen), in denen normalerweise verhärtete anorganische Salze zerkleinert werden. Die Anlage wird von zwei Mitarbeitern bedient.

Eine Trommel wird ohne Sicherheits- und Schutzmaßnahmen geöffnet, eine Handschaufel voll roter Phosphor entnommen und in den laufenden Rotor einer Reibmühle geschüttet. Bei der ersten Berührung der Phosphorpartikel mit dem Rotor zündet der Phosphor und wird bis an die Hallendecke geschleudert. Von der Decke herabrieselnde glühende Phosphorteilchen fallen in die nicht wieder verschlossene Trommel und entzünden dort den restlichen Inhalt. Der Abbrand in der Trommel ist sehr massiv.

Die zwei Mitarbeiter versuchen, den Phosphorbrand mit Pulver-Handfeuerlöschern zu löschen, was jedoch fehlschlägt. Daraufhin besteigt ein Mitarbeiter den Gabelstapler, um ein Fass mit rotem Phosphor, das zufällig noch auf der Palette steht, aus der Halle ins Freie zu fahren.

Dies misslingt jedoch, da die Ausfahrt an dieser Stelle durch einen Sattelschlepper versperrt ist, der für die Nachbarfirma im an-

deren Teil der Halle Chemikalien laden will. Der Gabelstaplerfahrer wendet, um zum anderen Hallenende zu gelangen. Dies misslingt ebenfalls, da er durch die Hitze des brennenden Phosphors bereits Verbrennungen zweiten und dritten Grades an den Händen, im Gesicht, an Armen und der Brust erlitten hat.

Somit brennt das Fass in der Halle aus und verursacht einen Sachschaden von circa 250 000 Euro.

Dieser Unfall ist absolut vermeidbar gewesen. Die Unfallursache ist eindeutig menschliches Versagen, vor allem der Betriebsleitung (Verantwortung der Leitung) auf Grund organisatorischer, technischer und persönlicher Mängel. Wie später von der BG Chemie festgestellt wurde, fehlte im Betrieb jegliche Sachkunde für den sicheren Umgang mit rotem Phosphor, selbst die Gefahrenkennzeichnung auf den Blechtrommeln wurde missachtet. Weiterhin war keine stoff-

bezogene Betriebsanweisung nach TRGS 555 erstellt worden. Eine Unterweisung der Mitarbeiter hat ebenfalls nicht stattgefunden.

Im Fernsehen läuft derzeit ein Reklamespott (hier wird Hilfe für Analphabeten angeboten), in dem ein ähnlich gelagerter Fall dargestellt wird: Ein Mitarbeiter transportiert mit einem Gabelstapler entgegen der Anweisung seines Chefs die falschen Fässer an einen falschen Ort. Das Donnerwetter des Chefs hilft auch hier wenig, der Gabelstaplerfahrer kann nicht lesen!

Die Schlussfolgerungen sind eindeutig: Beim Umgang mit Stoffen, die nicht zum normalen Arbeitsablauf gehören, selbst wenn es sich um Kleinmengen im Labor handelt, muss eine vorherige schriftliche und persönliche Belehrung der Mitarbeiter mit schriftlicher Dokumentation erfolgen. Diese muss in regelmäßigen Zeitabständen für alle Gefahrstoffe wiederholt werden.

Günter Sorbe

Auszubildende in der chemischen Industrie

Chemikanten sind begehrt

Anfang September haben wieder viele junge Menschen ihre Ausbildung begonnen. Allein bei Henkel, Cognis und Degussa starteten fast 800 Auszubildende ins Berufsleben in Deutschland. Dabei gibt es häufig nach wie vor nur befristete Arbeitsverhältnisse. Bei genügend Mobilität und mit der richtigen Bewerbungsstrategie ist aber für viele eine erfolgreiche Ausbildung möglich.

Im September beginnen rund 650 Jugendliche ihre Ausbildung bei Degussa in Deutschland. Überwiegend werden die Auszubildenden an den Standorten Marl, Darmstadt, Worms und Hanau/Wolfgang tätig sein, gefolgt von Trostberg, Wesseling, Dresden-

Radebeul, Essen und Rheinfelden. Insgesamt beläuft sich die Zahl der Auszubildenden bei Degussa auf über 2200. Dies entspricht einer Ausbildungsquote von 7,3 Prozent. Damit erfüllt Degussa auch den zwischen dem Chemie-Arbeitgeberverband und der Industriegewerkschaft Bergbau, Chemie, Energie (IGBCE) abgeschlossenen Tarifvertrag. Degussa liegt mit ihrer Ausbildungsquote deutlich über den Vergleichszahlen der deutschen Industrie mit 4,7 Prozent und auch über denen der chemischen Industrie mit circa fünf Prozent. Im neuen Ausbildungsjahr wird Degussa in fünf Berufsfeldern ausbilden; schwerpunktmäßig sind dies chemiespezifische Berufe (Chemikanten/Chemielaboranten),

technische Berufe (Energieelektroniker/Prozessleitetelektroniker/Industriemechaniker) sowie kaufmännische Berufe wie Industriekaufleute und Kaufleute für Bürokommunikation. Der Anteil der weiblichen Auszubildenden beträgt etwa 33 Prozent.

Die Strategie der Degussa zielt seit jeher darauf ab, nach erfolgreichem Ausbildungsabschluss möglichst vielen jungen Menschen auch den Weg in den erlernten Beruf zu ebnen. Hierzu konnten als Folge der zum Teil über den eigenen Bedarf hinausgehenden Ausbildung bisher oft nur befristete Arbeitsverhältnisse angeboten werden. Degussa gelang es an vielen Standorten und in vielen Berufen zwar, diese befristeten

Arbeitsverhältnisse anschließend in unbefristete umzuwandeln – aber nicht vollständig. Deshalb plant Degussa, ihre bisherige Praxis nun um ein weiteres Angebot zu ergänzen: Leistungsfähigen und -willigen Jugendlichen soll bereits bei Ausbildungsbeginn eine spätere Festanstellung in Aussicht gestellt werden – unter folgenden Voraussetzungen: Die Jugendlichen müssen ihre Ausbildung erfolgreich abschließen und sich bereit erklären, danach auch flexibel an anderen Unternehmensstandorten in Deutschland als dem Ausbildungsstandort tätig zu sein.

Werbung um Auszubildende

Bei Henkel und Cognis in Düsseldorf-Holthausen starten 125 junge Menschen in das Berufsleben. 95 davon beginnen ihre Ausbildung bei Henkel und 30 bei Cognis. Während sich bei Henkel 62 männliche und 33 weibliche Auszubildende für einen Ausbildungsplatz qualifiziert haben, sind dies bei Cognis zehn weibliche und 20 männliche Auszubildende. 49 Prozent der neuen 95 Auszubildenden bei Henkel haben die Allgemeine- oder Fachhochschulreife, 41 Prozent die Fachoberschulreife, 10 Prozent einen Hauptschulabschluss. Am Stichtag 1. September 2002 werden dann bei Henkel und Cognis bei drei Ausbildungsjahrgängen insgesamt 370 Jugendliche ausgebildet. Zum Start des Ausbildungsjahrganges 2002 bieten die Unternehmen am Standort Düsseldorf ihre Ausbildung erstmals getrennt an, da Cognis seit 2001 ein rechtlich selbstständiges Unternehmen ist.

Die Ausbildung erfolgt in elf verschiedenen Berufen aus. Im Bereich der chemischen Ausbildungsberufe sind dies der Chemielaborant (16 Ausbildungsplätze) der Chemikant (24) und der Chemiebetriebswerker (8). Die Chance im Anschluss an die bestandene Prüfung von Henkel übernommen zu werden, lag in den vergangenen Jahren zwischen 95 und 99 Prozent. Bei Cognis liegen entsprechende Erfahrungswerte noch nicht vor, da

das Unternehmen in diesem Jahr zum ersten Mal ausbildet.

Wer jetzt bei Henkel oder Cognis eine Lehre anfängt, hat es in diesem Jahr unter mehr als 1200 Bewerbern geschafft, einen der 125 Ausbildungsplätze zu bekommen. Während Cognis hier noch keine Vergleiche mit der Vergangenheit anstellen kann, macht diese Zahl der Bewerber den Verantwortlichen bei Henkel jedoch Sorgen: Für den Ausbildungsjahrgang 2002 sind 15 Prozent weniger Bewerbungen eingegangen als im Vorjahr. „Besonders dramatisch“, so der Leiter des Personalmanagements Georg Müller, „ist die Situation bei den Produktionsberufen: Im technischen Bereich liegt der Rückgang bei 20 Prozent, im chemischen sogar bei 30 Prozent.“ Henkel hat das Problem erkannt und plant zurzeit auf junge Menschen zugeschnittene Werbemaßnahmen. Beispiele sind Kooperationen mit wichtigen Schulen in der Region Düsseldorf sowie eine in der Planung befindliche Kooperation mit dem Basketball-Bundesligisten ART Düsseldorf Bulldogs sein. Hier sollen die Jugendlichen direkt angesprochen und auf die Ausbildungsmöglichkeiten bei Henkel aufmerksam gemacht werden. Auch bei Cognis sind entsprechende Werbemaßnahmen geplant.

Darüber hinaus klinken sich beide Unternehmen mit verschiedenen Aktivitäten in den Ausbildungsprozess ein: Ein Beispiel ist der „Henkel und Cognis“ Schülertag. Über 200 Auszubildende sowie die Ausbilder stehen an diesem Tag allen Schülerinnen und Schülern aber auch Eltern und interessierten Lehrern Rede und Antwort. Hier erfahren die Interessenten alles über die verschiedenen Ausbildungsterufe von Henkel, über den beruflichen Alltag und die Berufsschule. Kleine Demonstrationen – im Labor wird der eine oder andere Versuch durchgeführt – sorgen für viel Anschaulichkeit. Weiteres Beispiel ist das besondere Angebot eines speziellen Förderlehrganges von Hen-

kel an Jugendliche, die vergeblich nach einem Ausbildungsplatz gesucht haben. Der Lehrgang startet bereits acht Monate vor Beginn des Ausbildungsjahres und soll die Kandidaten auf einen Ausbildungsplatz vorbereiten. Hier werden zum Beispiel auch grundlegende soziale Verhaltensweisen trainiert, da es den Schülerinnen und Schülern oftmals an den im Arbeitsalltag so wichtigen Fähigkeiten wie Zuverlässigkeit, Konzentrationsfähigkeit und Durchhaltevermögen fehlt. Die Bemühungen tragen Früchte: Von zwölf Jugendlichen konnten in den letzten zwei Jahren neun in ein Ausbildungsverhältnis übernommen werden. Für die Zeit nach Beginn der Lehre bieten die Unternehmen weitere Förderkurse auf dem Niveau der Fachoberschulreife für ihre Auszubildenden an, um eventuelle Lücken in Mathematik oder Deutsch zu schließen.

Eine zunehmend wichtigere Rolle in dem gesamten Bewerbungsprozess spielt das Internet: In diesem Jahr gingen bereits 30 schriftliche Bewerbungen über das Internet bei Henkel ein. Auf besonders positive Resonanz stößt die Website, die den Interessenten einen Selbst-Check ihrer fachlichen und persönlichen Qualifikationen bietet (www.henkel-ausbildung.de); Wie ist es um Ausdrucksvermögen und Rechtschreibung bestellt oder wie sieht es mit der Offenheit für Neues aus? Diese und andere Fähigkeiten werden in den Tests abgefragt. Tipps für ein korrektes Bewerbungsschreiben mit Lebenslauf und allen dazugehörigen Unterlagen runden das Angebot ab und finden sich neben Informationen über die Ausbildungsangebote auch auf der Ausbildungsseite von Cognis (www.ausbildung-cognis.com).

Lösungen zu Seite M80: 1 a,c 2 a,c,d, f; 3 b,c; 4 a,c,e; 5 b,c; 6 b; 7 c; 8 c; 9 b,c; 10 a,b,d,e; 11 a,c,d,g; 12 a,b,d; 13 a,d; 14 b; 15 b; 16 c; 17 a,c,e; 18 a,b,d.

Der Umgang mit großen Zahlen in der wissenschaftlichen Literatur

Von Milliarden und Trillionen

Das Gesetz über Einheiten im Meßwesen und die Ausführungsverordnung dazu legen fest, dass im geschäftlichen und amtlichen Verkehr die „gesetzlichen Einheiten“ anzuwenden sind. In den meisten Fällen versteht man hierunter die Basiseinheiten des Internationalen Einheitensystems („Système International d’unités“ kurz: SI). Dezimale Vielfache und Teile von Einheiten werden durch Vorsätze vor dem Namen der Einheit beziehungsweise Vorsatzzeichen von dem Einheitenzeichen bezeichnet. Bei großen Zahlen kann es aber international immer wieder zu Verwirrungen kommen.

Alle Sprachen mit dezimalem Zahlensystem haben Wörter für die Ziffern 10, 100 und 1000. Im Griechischen gibt es sogar ein Wort für 10 000 (myrioi). Die Million stammt aus dem Mittelalter und entstand in Italien. Das italienische Wort für 1000 (mille, beziehungsweise miglio) wurde mit dem

Vergößerungssuffix -one versehen und ergab so die Million (10^6).

In der Renaissance-Mathematik prägte der französische Mathematiker Nicolas Chuquet 1484 Wörter für noch größere Zahlen. In seinem Werk „Triparty en la science de nombres“ entwickelte er das System, das noch heute in Amerika verwendet wird: Für jeweils drei Nullen nach 1000 wird ein neues lateinisches Präfix verwendet. Wenn man das lateinische Präfix in eine Zahl umwandelt (also bi bedeutet $n=2$, tri $n=3$...), dann gilt der folgende Term für die Zahl der Nullen: 10^{3+3n} . „n“ gibt dabei die Zahl der Abstände zwischen den Dreiergruppen von Nullen an: Eine „billion“ ($n=2$) entspricht dann 1 000 000 000 (10^9).

Um 1550 führte Jacques Pelletier in Frankreich das Wort „milliard“ für 10^9 ein. Bei diesem System, das dem heutigen deutsche entspricht, werden zwischen Millionen, Billionen, Trillionen und so weiter noch Milliarden und Billiarden geschaltet. Der Term für

Billionen und Trillionen etc. lautet diesmal 10^{6n} . Eine Billion ($n=2$) ist also eine Zahl, die „zweimal“ so viele Nullen wie eine Million hat, eine Trillion ($n=3$) hat dreimal so viele Nullen wie eine Million und so fort. Das Pelletier-System eroberte England und Deutschland (und andere Teile Resteuropas), dagegen ließen sich in den USA und in Frankreich selbst das Chuquet-System nicht verdrängen.

1948 allerdings schlug die Conférence des Poids et des Mesures vor, in Frankreich das Pelletier-System zu benutzen. 1961 segnete dies das Journal Officiel (der französische Staatsanzeiger) ab. Daher gilt in Frankreich: „billion“ vor 1948 hat 9 Nullen, „billion“ nach 1961 hat 12 Nullen, zwischen 1948-1961 gibt es Unsicherheiten, da sich noch nicht alle an die Empfehlung der Conférence halten.

In England bedeutete die „billion“, seit sie das erste Mal von Locke (1690) benutzt wurde, stets 10^{12} , also Billion im deutschen Pelletier-Sinne. Das änderte sich nach

Zahl (nach SI) (Abkürzung)	Ziffer	Potenz	Vorsilbe (Abkürzung)	Besonderheiten
Zehn	10	10^1	Deka (da)	ungebräuchlich; nur in Verbindung mit Gramm
Hundert	100	10^2	Hekto (h)	ungebräuchlich; nur in Verbindung mit Liter oder Pascal: 1 hPa = 1 mbar
Tausend (Tsd)	1000	10^3	Kilo (k)	
Million (Mio)	1 000 000	10^6	Mega (M)	1 Megagramm (Mg) wird auch als Tonne (t) bezeichnet
Milliarde (Mrd)	1 000 000 000	10^9	Giga (G)	im amerikanischen als Billion bezeichnet
Billion (Bio)	1 000 000 000 000	10^{12}	Tera (T)	im amerikanischen als Trillion bezeichnet
Billiarde	1 000 000 000 000 000	10^{15}	Peta (P)	im amerikanischen als Quadrillion bezeichnet
Trillion	1 000 000 000 000 000 000	10^{18}	Exa (E)	im amerikanischen als Quintillion bezeichnet
Trilliarde	1 000 000 000 000 000 000 000	10^{21}	Zetta (Z)	im amerikanischen als Sextillion bezeichnet
Quadrillion	1 000 000 000 000 000 000 000 000	10^{24}	Yotta (Y)	im amerikanischen als Septillion bezeichnet

dem Zweiten Weltkrieg. Zunächst waren es wohl Wissenschaftler, die „billions“ im amerikanischen Sinn benutzten, da die amerikanische Naturwissenschaft führend war und man auch in Amerika verstanden werden wollte. 1974 sanktionierte Premierminister Harold Wilson diesen Gebrauch, indem er vor dem Unterhaus erklärte, dass „billion“ in britischen Regierungsstatistiken von nun an dem amerikanischen Gebrauch folge, das heißt 10^9 bedeute.

In Italien unterscheidet man heute zwei Bedeutungen von „bilione“: Erstens die italienisch-

aktuelle, französische und US-amerikanische Bedeutung, das heißt 10^9 . Zweitens eine altitalienische, deutsche und britisch-englische Bedeutung mit 10^{12} . Im italienischen Sprachgebrauch hat sich eine elegante Lösung ergeben: Es wird in der Tat das Chuquet-System benutzt, wobei es gleichzeitig das Wort „miliardo“ gibt, das einfach Synonym von „bilione“ ist. Diese „italienische“ Lösung findet auch in Russland Anwendung. Im Prinzip gilt dort ein Chuquet-System, das aber „milliard“ als Synonym zu „billion“ hat. So steht es jedenfalls im Russisch-Deutschen

Wörterbuch von Russij Jazyk von 1991.

Eine Lösung, um diese Verwirrungen zu beenden, wäre, die beiden französischen Systeme zumindest im wissenschaftlichen Gebrauch abzuschaffen. Als Ersatz wurden griechische Vorsilben vorgeschlagen, sodass statt Milliarde, Billion, Billiarde, Trillion des deutschen Systems Gillion, Tetrillion, Pentillion, Hexillion gelten würde. Der Nullen-Term des Gillion-Systems lautet dann 10^{3n} , die Präfixe sind also um eins gegenüber dem Pelletier-System verschoben.

MB

Der König der Düfte und die Festphasenmikroextraktion

Aromastoffanalyse für mehr Lebensmittelsicherheit

Jörg Weber analysiert im Rahmen seiner Doktorarbeit Duft- und Aromastoffe mit der Festphasenmikroextraktion SPME (Solid Phase Microextraction) und einem Gaschromatographen. Aromen finden in der lebensmittelverarbeitenden Industrie und im Haushalt vielfältige Anwendung zur Aromatisierung von Speisen, Getränken, Backwaren, Süßigkeiten, Speiseeis, Tabakwaren und so weiter. Auch Mundpflegeprodukte und Arzneimittel werden aromatisiert, um störende Geschmacksnoten zu überdecken und damit die Produkte attraktiver zu machen.

Die Aromaintensität und Aromaqualität wird nicht unbedingt durch jene Substanzen bestimmt, die in höchster Menge vorliegen, sondern durch jene, die einen hohen Aromawert aufweisen. Dieser ist definiert als Quotient aus der Konzentration und dem Geruchsschwellenwert einer aromaaktiven Verbindung. Der Geruchsschwellenwert wird dabei sensorisch durch Verdünnen bis

zur Geruchsschwelle bestimmt. Es können spezifische Leitsubstanzen sein, die ein natürliches Aroma in charakteristischer Weise prägen, zum Beispiel Vanille durch Vanillin aus der Vanille-Schote, Pfefferminz durch Menthol aus *Mentha piperita* L., Gewürznelke durch Eugenol aus den Blütenknospen des Gewürznelkenbaums. Manche Lebensmittel entfalten erst nach einer mechanischen, thermischen oder enzymatischen Behandlung ein arteigenes Aroma, wobei chemische oder biochemische Reaktionen bestimmter Inhaltsstoffe ablaufen. Dies gilt beispielsweise für Fisch, Fleisch, Käse, Brot, Kaffee, Tee oder Wein.

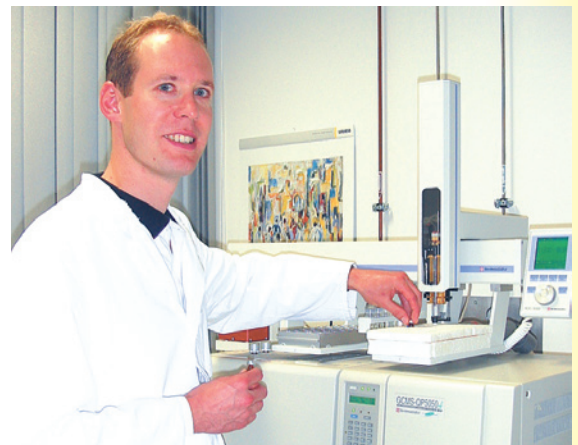
Aromen sind in der Regel komplexe Gemische einzelner Aromastoffe aus den unterschiedlichsten Stoffklassen, die meist nur in winzigen Mengen vorkommen und dennoch einem Lebensmittel seinen unverwechselbaren Charakter verleihen. Etwa 100 bis 500 verschiedene aromawirksame Substanzen liegen in einem Lebensmittel mit einem Schwellenwert vom Mikrogramm- bis zum

Picogrammbereich pro Kilogramm Lebensmittel vor.

Optimierung der Anreicherungs-methode

Als Anreicherungs-methode verwendet Jörg Weber die SPME, mit der auch feste Stoffe für die Untersuchung genutzt werden können. Somit entfällt das aufwändige Auflösen der Proben in Wasser bzw. die Extraktion mit zum Teil nicht unbedenklichen Lösemitteln und das Verfahren wird zeiteffektiver. Webers Ar-

Jörg Weber am Gaschromatographen (Foto: Fachhochschule Jena).



beit dient zur Optimierung und Erweiterung des Einsatzfeldes der Festphasenmikroextraktion. Auch den Bereich Probenvorbereitung und Anreicherung soll er in diesem Rahmen verbessern. Genaue Angaben zu seinen technischen Neuerungen kann er leider noch nicht machen, da der Schutz von Einzelheiten noch nicht geklärt ist. Eins kann Weber jedoch mit Sicherheit sagen: „Durch die Entwicklung und die von uns praktizierte Einsatzweise der SPME sind in kürzester Zeit Informationen über die Inhaltsstoffe bestimmter Materialien erhältlich.“ Durch das von ihm entwickelte Verfahren hat die Analyse an Genauigkeit gewonnen. Konnte man früher bei Kamillepflanzen lediglich die Aussage machen, ob α -Bisabolol, der heilende Wirkstoff der Kamille, qualitativ vorhanden ist, so kann man heute außerdem ohne großen technischen Aufwand die Quantität des Stoffes bestimmen.

Schnelle und detaillierte Analysen sind in der Qualitätsbestimmung und -überwachung sowie beim Vergleichen von Rohmaterialien, Zwischenprodukten und Endprodukten notwendig. Zeitnahe Ergebnisse sind dabei ein Muss: National und international gibt es eine große Anzahl an Unternehmen, die vor allem auf dem Sektor der Verarbeitung und Produktion von Naturstoffen tätig sind.

Methyleugenol und Estragol

Auch der Verbrauchersicherheit können solche Analysen dienen. Spätestens im Juli 2005 soll die EU-einheitliche Positivliste für Aromastoffe verabschiedet werden. Dann dürfen in Lebensmitteln nur noch Aromastoffe verwendet werden, die in dieser Liste enthalten sind. Schon jetzt legt eine europäische Richtlinie fest, dass Rechtsvorschriften über Aromen in erster Linie den Erfordernissen des Schutzes der menschlichen Gesundheit Rechnung tragen müssen. In der Richtlinie werden Aromastoffe definiert, die allgemeinen Verwendungsbedingungen sowie Vorschriften zur Kennzeichnung

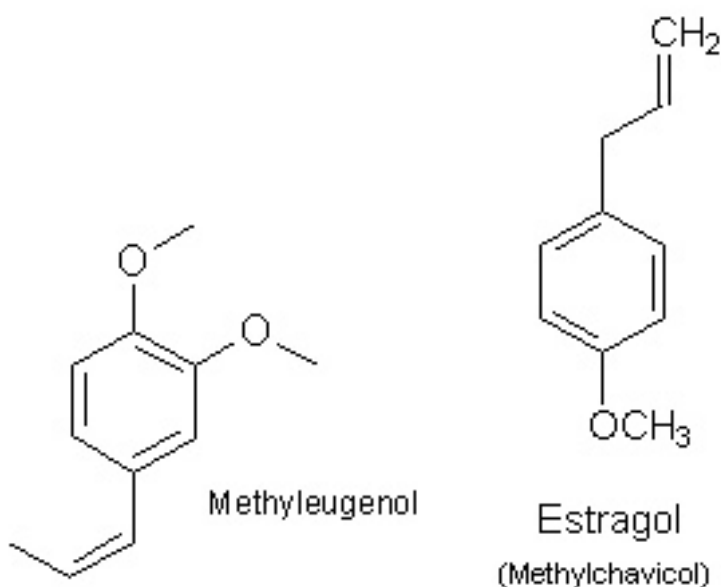
und Höchstwerte für gesundheitlich bedenkliche Stoffe festgelegt. Ein Beispiel für solche Stoffe besprachen Wissenschaftler auf dem Deutschen Lebensmittelchemikertag, veranstaltet von der Lebensmittelchemischen Gesellschaft, der größten Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker. Dort wurde auf die kürzlich ermittelte genotoxische und cancerogene Wirkung von Methyleugenol und Estragol in hohen Dosen im Tierversuch eingegangen, die zu einem Verwendungsverbot dieser Aromastoffe geführt und das Bundesinstitut für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin dazu veranlasst hat, in einer Pressemitteilung auf estragol- und methyleugenolhaltige Lebensmittel hinzuweisen. Beide Stoffe kommen in bestimmten Gewürzen und Kräutertees vor, darunter sind Estragon, Basilikum, Anis, Sternanis, Piment, Muskatnuss, Lemongras sowie Bitterfenchel- und Süßfenchelfrüchte – allerdings sind die Verzehrsmengen an Estragol und Methyleugenol in jedem Fall um Größenordnungen niedriger als in den erwähnten Tierversuchen. Daher kommen auch jüngste Untersuchungen zu dem Schluss, dass es keinen Anlass gibt, Kräuter und Gewürze in der Küche und altbewährte Hausmittel wie Fenchel- oder Anis-Fenchel-Kümmel-Tees

als besonderes gesundheitliches Risiko einzustufen. Die Lebensmittelchemische Gesellschaft schließt sich dieser Auffassung an.

„Bei der Bewertung eines Duftes oder Geschmacks ist unsere Arbeit von großem Wert“, erläutert Jörg Weber. Er ist seit seiner Jugend an naturwissenschaftlichen und technischen Dingen interessiert und studierte acht Semester lang an der Fachhochschule Jena Umwelttechnik im Fachbereich Medizintechnik. Betreut wird er von seinen zwei „Doktorvätern“ Prof. Dr. Karl-Heinz Feller von der FH Jena und Prof. Dr. Georg Schwedt von der TU Clausthal. Gefördert wird die Forschungsarbeit des jungen Wissenschaftlers durch das „Exist-SEED“-Programm und Industriemittel. Im September stellte Weber seine Forschung auf dem „International Symposium on Essential Oil“ in Portugal, dem „Heiligenstädter Kolloquium“ sowie auf dem „24th International Symposium on Chromatography“ in Leipzig vor. Ende 2002 möchte er seine Promotion beenden.

Seine Zukunft sieht Jörg Weber in der Industrie. Hier möchte er an Forschungs- und Entwicklungsprojekten arbeiten und die Kooperation mit Hochschulen und Forschungsinstituten wirtschaftsnah fortsetzen.

MB



Förderung – Fortbildung – Ausbildung

Praktische Chemie für Lehrer und Schüler

Das Fehling-Lab ist das gemeinsame Schüler/Lehrer-Experimentierlabor der Universitäten Stuttgart und Hohenheim. Der beliebte außerschulische Lernort hat sich auch als ideale Ausbildungsstätte für fortbildungsinteressierte Lehrer erwiesen. Am 18. September erfolgte die offizielle Einweihung des Fehling-Lab als Lehrerfortbildungszentrum für Chemie in Baden-Württemberg. Von der Gesellschaft Deutscher Chemiker hat das Stuttgarter Kooperationsprojekt die Akkreditierung erhalten und kann nun, landesweit einmalig, Lehrerfortbildung und Experimentierlabor unter einem Dach vereinen.

Kleine weiße Kittel, große Laborbrillen auf kleinen Nasenspitzen, dahinter große, begeisterte Augen – einen Vormittag lang werden auf dem Vaihinger Campus der Universität Stuttgart aus Grundschulern große Forscher. Im Fehling-Lab wird Chemie zum Mitmachen geboten: dreimal pro Woche für Schüler der 3. und 4. Klasse. Nur durch Mund-zu-Mund-Propaganda wurde das Labor in den Schulen

der Region bereits so publik, dass es über viele Monate ausgebucht ist. Was sich da in den Laborräumen am Institut für Physikalische Chemie der Universität Stuttgart abspielt, liegt voll im Trend, denn auch die Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) hat erkannt, dass gerade bei Kindern viel versäumt wird, um sie für die Naturwissenschaften zu sensibilisieren.

Die Schüler, die von 9 bis 12 Uhr zu Forschern in Sachen Chemie werden, kommen hauptsächlich aus den Grundschulen rund um Stuttgart. Eingeteilt in drei Gruppen erkunden sie unter der sachkundigen Anleitung eines wissenschaftlichen Assistenten Riech-, Kristall- und Farb-Labor. Als ständige Ansprechpartner sind zudem eine Lehrkraft mit dabei und der wissenschaftliche Mitarbeiter Dr. Marco Spurk, dem die Organisation des Labors obliegt.

Das Fehling-Lab ist ein gemeinsames Projekt der Fakultät Chemie der Universität Stuttgart und des Instituts für Didaktik der Naturwissenschaften der Universität Hohenheim. Unterstützt wird es durch das Ministerium für Wissenschaft, Forschung und Kunst, das Minis-



Nachdem sich die Kinder ihren eigenen Reagenzglasständer aus Gips gegossen haben, machen sie im Riechlabor Bekanntschaft mit Aromen und Düften (Foto: Prof. Peter Menzel, Universität Hohenheim).

terium für Kultus, Jugend und Sport, das Oberschulamt Stuttgart sowie den Fonds der chemischen Industrie. Prof. Dr. Peter Menzel von der Uni Hohenheim, der das Projekt aus der Taufe gehoben hat, findet es enorm wichtig, das Interesse der Kinder für Naturphänomene frühzeitig zu wecken und zu fördern. „In diesem Alter sind sie noch leicht zu begeistern“, erzählt er aus Erfahrung – über fünfzig Klassen haben das Fehling-Lab inzwischen besucht.

Ganze Ordner mit Dankesbriefen zeugen von der Begeisterung der Kinder für das Konzept des Fehling-Lab. Kittel, Schutzbrille und Laborausweis genügen bei ihnen schon zur stolz geschwellten Brust, und dann erst die Versuche! Einen Reagenzglasständer aus Gips gießen, Aromen riechen, Zucker oder Salz verschwinden lassen und Kristalle unter dem Mikroskop betrachten und der Hit: Farben fließen lassen. „Mir hat alles gefallen, am allerbesten die Farbe“, sind sich zum Schluss fast alle Jung-Chemiker einig, wenn sie bepackt mit vielen Ideen für den eigenen Forscherdrang und den wichtigen Utensilien Reagenzglashalter, Reagenzgläser und Pipette das Labor verlassen.

In einer Vielzahl von Veranstaltungen hat mittlerweile auch der jüngste Nachwuchs Möglichkeiten, einen ersten Kontakt zu den Naturwissenschaften zu schließen – und dies wird auch gerne angenommen. So füllten am Tag der offenen Tür des Forschungszentrums Karlsruhe (21. September) mehr als 800 Kinder und Jugendliche den Fragebogen zur „Forschungsrallye“ aus, informierten sich zuvor bei etlichen Arbeitsstationen des Forschungszentrums, etwa im Labor des Instituts für Materialforschung zum Thema „flüssiger Stickstoff“ (Foto: Kickuth). Das lässt auf einen guten Erfolg des „Jahres der Chemie“ 2003 hoffen.



Fragen zu Grundlagen der Chemie

(mehrere richtige Antworten sind möglich)

- 1 Welche Wasserstoffoxide werden nach dem Gesetz der multiplen Proportionen gebildet?
- H_2O
 - H_3O
 - H_2O_2
 - H_2O_3
- 2 Welche Gase liegen (im Normzustand) als zweiatomige Moleküle vor?
- Wasserstoff
 - Helium
 - Sauerstoff
 - Fluor
 - Neon
 - Chlor
- 3 Unter welchen äußeren Gegebenheiten laufen die meisten chemischen Reaktionen ab?
- In geschlossenen Systemen
 - In offenen Systemen
 - Bei konstantem Druck
 - Bei konstanten Temperatur
- 4 Welche Standardbedingungen, auf die sich häufig Daten in Tabellenwerken beziehen, wurden für chemische Reaktionen festgelegt?
- Temperatur von 298 K
 - Temperatur von 0 °C
 - Temperatur von 20 °C
 - Temperatur von 25 °C
 - Temperatur von 100 °C
 - Druck von 1,013 bar
- 5 Welche Änderung thermodynamischer Zustandgrößen ist für spontan verlaufende chemische Reaktionen kennzeichnend?
- Zunahme der Enthalpie
 - Zunahme der Entropie
 - Abnahme der Enthalpie
 - Abnahme der Entropie
- 6 Welche thermodynamische Größe ist ein Maß für die Triebkraft einer chemischen Reaktion?
- Die Änderung der Enthalpie ΔH
 - Die Freie Energie (Freie Enthalpie) ΔG
 - Die Änderung der Entropie ΔS
- 7 Welchen Einfluß hat ein Katalysator auf die Lage eines chemischen Gleichgewichtes?
- Das Gleichgewicht wird zur Seite der Edukte hin verschoben.
 - Das Gleichgewicht wird zur Seite der Produkte hin verschoben.
 - Keinen.
- 8 Durch welchen Vorgang kann man den Zerfall von Wasser in die Elemente erzwingen?
- Erhitzen
 - Gefrieren
 - Elektrolyse
 - Dialyse
 - Photolyse
- 9 Welches ist ein polares Lösungsmittel?
- Benzol
 - Ethanol
 - Wasser
 - Ether
 - Dichlormethan
- 10 Welche Stoffklasse ist in der Regel in Wasser löslich?
- Salze
 - Zucker
 - Fette
 - Säuren
 - Basen
- 11 Welche Salze der meisten Kationen sind bei Raumtemperatur gut löslich?
- Acetate
 - Carbonate
 - Chloride
 - Nitrate
 - Oxalate
 - Phosphate
 - Sulfate
- 12 Welche Eigenschaften von Lösungen hängen von der Teilchenanzahl (ungeachtet der Art der Teilchen) ab?
- Dampfdruck
 - Siedetemperatur
 - Farbe
 - osmotischer Druck
 - Viskosität
- 13 Welche chemische Reaktion findet beim Einleiten des jeweiligen Gases in Wasser statt?
- $\text{HBr} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}_3\text{O}^+ + \text{Br}^-$
 - $\text{HBr} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}_2\text{Br}^+ + \text{OH}^-$
 - $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}_3\text{O}^+ + \text{NH}_2^-$
 - $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$
- 14 Welches ist eine zweiprotonige anorganische Säure?
- Buttersäure
 - Schwefelsäure
 - Salzsäure
 - Phosphorsäure
 - Salpetersäure
 - Borsäure
- 15 Zu welchem Zweck werden Pufferlösungen verwendet?
- Zur Neutralisation
 - Zur Einhaltung eines engen pH-Bereiches
 - Als Indikator bei Titrationsen
 - Als Oxidationsmittel
- 16 Welche Elementarteilchen werden bei (stets miteinander gekoppelten) Reduktions-/Oxidationsvorgängen übertragen?
- Anionen
 - Photonen
 - Elektronen
- 17 Welches ist ein eher reduzierend wirkendes Ion?
- Fe^{2+}
 - $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3+}$
 - I^-
 - I_2
 - SO_3^{2-}
- 18 Welches ist ein wichtiges Oxidationsmittel?
- Kaliumpermanganat
 - Kaliumdichromat
 - Kaliumjodid
 - Sauerstoff
 - Oxalsäure

sondern auch die Anamnese des Patienten zu berücksichtigen hat.

Abschließend kann festgestellt werden, dass die Einführung von Qualitätsmanagementsystemen und die Möglichkeiten der Akkreditierung von Laboratorien letztlich zu einer Verbesserung der Zuverlässigkeit und Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse geführt und damit eine wesentliche Voraussetzung für eine aussagekräftige labormedizinische Diagnostik geschaffen hat.

Über die mathematisch-statistische Auswertung von Messergebnissen liegt eine äußerst umfangreiche Literatur vor, auf die an dieser Stelle, ohne sie im einzelnen zitieren zu können, verwiesen werden muss. Erwähnt sei in diesem Zusammenhang nur die Veröffentlichungsreihe „Statistik in der Analytischen Qualitätssicherung“, die in dieser Zeitschrift 1998/1999 erschienen ist [9]. Der medizinischen Beurteilung (Befund) geht stets die analytische, insbesondere die statistische Bewertung der Messergebnisse voraus. Aus der Vielfalt der analytischen Fragestellungen wurden zwei Beispiele ausgewählt: Die Gesamt-Cholesterin-Bestimmung im Serum und die Harnstoff-Bestimmung im Blut. Dabei soll hier auf die medizinischen Aspekte dieser Aufgaben nicht näher eingegangen werden.

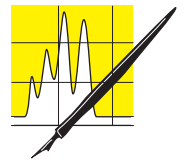
Gesamt-Cholesterin-Bestimmung im Serum

An diesem Beispiel soll gezeigt werden, dass sich bereits aus der Ermittlung einfacher statistischer

Kenndaten Aussagen und Folgerungen für die medizinische Bewertung (Befund) ableiten lassen. In einer Untersuchungsreihe wurde 11 mal im Serum eines Probanden der Gesamt-Cholesterin-Anteil nach Liebermann-Burchard bestimmt (Tabelle 2). Aus den analytischen Ergebnissen (in mg/dl), die vor der Mittelung nicht gerundet wurden, wurde der Mittelwert, die Standardabweichung des Mittelwertes und die relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) berechnet. Ergebnis: Alle Werte liegen über der als Schwellenwert betrachteten Konzentration von 200 mg/dl (5,2 mmol/l) und in den meisten Fällen über 250 mg/dl (6,5 mmol/l), bei der nach allgemeiner Auffassung eventuell ein erhöhtes Krankheitsrisiko besteht [10]. Die relative Standardabweichung des Mittelwertes („intra-individueller Variationskoeffizient“) liegt mit 8,5 % in einer üblichen Größenordnung, wie sie aus verschiedenen Studien bekannt ist [10].

Zur internen Qualitätskontrolle wurde im Rahmen dieser Untersuchung routinemäßig ein Kontrollserum mehrfach analysiert. Tabelle 3 enthält die Einzelergebnisse und die daraus errechneten Kenndaten, die für das analytische Verfahren eine hinreichende Präzision ausweisen und die Zulässigkeit der oben getroffenen Aussage belegen. (Bei der Umrechnung von mg/dl in mmol/l wurden in Tabelle 2 die resultierenden Daten auf eine Dezimalstelle gerundet.)

Analysenergebnisse sind stets so anzugeben, wie es den statistischen Kriterien des Verfahrens entspricht, um keinen falschen Eindruck von der Präzision des Ergebnisses zu vermitteln. Als Rundungsintervall wird



AUFSÄTZE

Bestimmung Nr.	Einzelwert x_i [mg/dl]	Einzelwert x_i [mmol/l]	Differenz vom Mittelwert (1) $x_i - \bar{x} = \delta$ [mg/dl]	Differenz vom Mittelwert (2) $x_i - \bar{x} = \delta$ [mmol/l]	Quadrat-zahlen (1) δ^2	Quadrat-zahlen (2) δ^2
1	238	6,15	4	0,09	16	0,0081
2	232	6,00	2	0,06	4	0,0036
3	239	6,18	5	0,12	25	0,0144
4	232	6,00	2	0,06	4	0,0036
5	239	6,18	5	0,12	25	0,0144
6	231	5,97	3	0,09	9	0,0081
7	232	6,00	2	0,06	4	0,0036
8	231	5,97	3	0,09	9	0,0081
9	232	6,00	2	0,06	4	0,0036
10	238	6,15	4	0,09	16	0,0081
Summe	2344	60,6			116	0,0756
Mittelwert \bar{x}	234	6,06 $\approx 6,1$				
Sollwert	230					
Standardabweichung s	3,6	0,1				
Rel. Standardabweichung s_{rel}	$\pm 1,5 \%$		Berechnung nach DIN 1319 (3)			

Tabelle 3: Untersuchung eines Kontrollserums (Gesamt-Cholesterin-Bestimmung nach Liebermann-Burchard).

der kleinste noch mögliche, von Null verschiedene positive Unterschied zwischen zwei gerundeten Ergebnissen angesehen (siehe DIN 1333). Als Regel gilt, dass mit der oberen Grenze des Rundungsintervalls $a_{\max} = 0,6 \cdot s$ der Forderung entsprochen wird, dass die Präzision des Ergebnisses durch das Runden nicht leidet. Im vorliegenden Fall der Gesamt-Cholesterin-Bestimmung nach Liebermann-Burchard ist die Präzision durch eine relative Standardabweichung von $\pm 5\%$ charakterisiert, das heißt wird zum Beispiel der Cholesterinanteil in einer Serumprobe mit 286 mg/dl bestimmt, so ergibt sich s_{rel} zu rund 29 mg/dl. Das Rundungsintervall beträgt also $a_{\max} = 0,6 \cdot 29 = 17$ mg/dl, das heißt das Ergebnis ist in mg/dl-Zehnerschritten, hier mit 290 mg/dl, anzugeben.

Derartige Betrachtungen können vor allem dann besondere Bedeutung erlangen, wenn sich die zu bewertenden Analyseergebnisse im Bereich der pathologischen Grenzwerte bewegen.

Harnstoff-Bestimmung im Blut

In Normalfällen schwankt der Harnstoffanteil im Blut in Abhängigkeit von Geschlecht und Alter zwischen etwa 15 und 45 mg/dl ($= 2,5$ bis $7,5$ mmol/l) [11]. Höhere Werte deuten auf eine Störung der Nierenfunktion hin. Der Bereich > 45 mg/dl kann also als „kritischer Bereich“ gelten. Im Folgenden soll an drei Beispielen die Bedeutung der statistischen Bewertung von Analyseergebnissen erläutert und die daraus zu ziehenden Folgerungen betrachtet werden: Es wird in diesen Fällen angenommen, dass Harnstoffanteile von 30, 45 und 55 mg/dl (5,0, 7,5 und 9,2 mmol/l) bestimmt wurden (Einzelergebnisse). Diese Ergebnisse besitzen die in Tabelle 4 angegebenen Vertrauensbereiche für den zu bewertenden Harnstoffanteil μ , wobei die Messunsicherheit fünf Prozent und die relative Standardabweichung des Analysenverfahrens vier Prozent beträgt.

Fazit

Aus der vorstehenden Betrachtung folgt, dass zwischen den im Rahmen der analytischen Qualitätssicherung an medizinische Laboratorien und den

Laboratorien aller anderen analytischen Fachbereiche gestellten Anforderungen kein grundsätzlicher Unterschied besteht. Ferner hat sich gezeigt, dass in der Laboratoriumsmedizin Einigkeit über die Notwendigkeit zur Einführung von Qualitätsmanagementsystemen herrscht. Nur so kann nach national wie international geltender Meinung eine Verbesserung der Zuverlässigkeit und Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse erreicht und damit eine wesentliche Voraussetzung für eine aussagekräftige labormedizinische Diagnostik zum Wohle der Patienten geschaffen werden. Für den Patienten sollte somit weitestgehend sichergestellt werden können, dass die für ihn notwendigen Untersuchungen mit höchst möglicher Sorgfalt und Genauigkeit durchgeführt werden. Das gleiche dürfte dann auch für die aus den Untersuchungsergebnissen abgeleiteten Befunde gelten.

Für seine Unterstützung bei der Literaturrecherche dankt der Autor Herrn Dr. Martin Sager, Universität Düsseldorf.

Literatur

- [1] L. Thomas (Hrsg.): „Labor und Diagnose: Indikation und Bewertung von Laborbefunden für die medizinische Diagnostik“, 5. Aufl., TH-Books Verlagsges., Frankfurt/M., 1998.
- [2] J. Hilgenfeldt: Chem. Lab. Betr. 23 (1972), Nr. 4, 145.
- [3] Dtsch. Ärztebl. 68 (1971), 2228; *ibid.* 71 (1974), 961; *ibid.* 85 (1988), 699; *ibid.* 91 (1994), 211.
- [4] G. Neubauer: Clin. Lab. 47 (2001), 545.
- [5] DIN 58 936 (1989): „Qualitätssicherung in der Laboratoriumsmedizin“, Teil 1 bis 4.; Beuth Verlag GmbH, Berlin
- [6] DIN 58 937 (1994): „Allgemeine Laboratoriumsmedizin“, Teil 1 bis 6.; Beuth Verlag GmbH, Berlin
- [7] H. Günzler (Ed.): „Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry“, Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg - New York, 1996.
- [8] DIN EN ISO/IEC 17025 (2000): „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“; Beuth Verlag GmbH, Berlin
- [9] G. Wachter, J. Kleiner, U. Lehnhardt: CLB Chem. Lab. Biotechn. 49 (1998), 84, 128, 180, 217, 258, 297, 336, 380, 421; *ibid.* 50 (1999), 133.
- [10] *loc. cit.* [1], S. 172.
- [11] *loc. cit.* [1], S. 385.

Tabelle 4:
Harnstoff-
Bestimmung
im Blut.
Umrechnung:
0,1665 mg/dl =
mmol/l

Analyseergebnis [mg/dl (mmol/l)]	Vertrauensbereich [mg/dl (mmol/l)]	Medizinische Bewertung
30 (5,0)	$27,6 \leq \mu \leq 32,4$ *) ($4,6 \leq \mu \leq 5,4$)	Obere Grenze deutlich < 45 mg/dl ($= < 7,5$ mmol/l), d.h. eine Nierenfunktionsstörung ist auszuschließen.
45 (7,5)	$41,4 \leq \mu \leq 48,6$ ($6,9 \leq \mu \leq 8,1$)	Wenn keine andere Entscheidungshilfe gegeben ist, beträgt die Wahrscheinlichkeit einer falschen Entscheidung 50 %.
55 (9,2)	$50,6 \leq \mu \leq 59,4$ ($8,4 \leq \mu \leq 9,9$)	Die untere Grenze des Vertrauensbereiches liegt deutlich in dem kritischen Bereich > 45 mg/dl ($= 7,5$ mmol/l), so dass dieser Befund zu Recht als pathologischer Wert betrachtet werden kann.
*) Berechnungsbeispiel: Standardabweichung $s = 0,04 \cdot 30 = 1,2$ mg/dl, bei einer Messunsicherheit von 5 % ($= 2 \cdot s$) folgt: $(30 - 2,4) \leq \mu \leq (30 + 2,4)$ oder $27,6 \leq \mu \leq 32,4$		

Umwelt und Sicherheit

Bewertung chemischer Produkte

Laut Statistik werden pro Einwohner in der Schweiz vom Haushaltsreiniger bis zum Körperpflegemittel jährlich etwa 100 Kilogramm Chemikalien verbraucht. Nahezu 100 000 der gegenwärtig existierenden chemischen Produkte befanden sich bereits vor 1981 auf dem Markt. Sie schließen über 95 Prozent der derzeit produzierten Chemikalien ein und werden als Altstoffe charakterisiert. Obwohl viele dieser Substanzen Risiken für die Gesundheit und die Umwelt mit sich bringen können, wurden ihre physikalisch-chemischen und die toxikologischen Eigenschaften bisher nur unvollständig oder gar nicht untersucht. Detaillierte Risikobewertungen wurden für weniger als 100 Altstoffe durchgeführt. Die Wissenschaftler der Arbeitsgruppe für Umwelt- und Sicherheitstechnologie am Laboratorium für Technische Chemie der ETH Zürich suchen nach Indikatoren, die umwelt-, gesundheits- und sicherheitsrelevante Eigenschaften von Chemikalien beschreiben und entwickeln Methoden zu ihrer Berechnung. Zwei wichtige Indikatoren, Persistenz und räumliche Reichweite, zeigen an, wie lange eine Substanz nach der Emission in der Umwelt verbleibt, beziehungsweise wie weit sie durch Wind- und Wasserströmungen transportiert wird.

Um Persistenz und Reichweite zu bestimmen, verwenden die ETH Forscher Computermodelle, mit denen sich das Verteilungsverhalten von Stoffen in der Umwelt berechnen lässt. Solche Modelle bilden die Umweltmedien Boden, Wasser und Luft und die darin stattfindenden Prozesse in vereinfachter Weise ab. Wichtige Prozesse sind biologischer und chemischer Abbau, Austausch

zwischen den Umweltmedien wie Verdampfung vom Boden in die Luft oder Deposition (Ablagerung) aus der Luft auf Blattoberflächen sowie der Transport mit Wind und Wasser. Die Modelle benötigen physikalisch-chemische Stoffeigenschaften wie Dampfdruck und Wasserlöslichkeit einschließlich Abbauraten für die wichtigsten Abbauprozesse als Eingabedaten. Hinzu kommen Parameter, die die Umweltsysteme beschreiben. Das können die Regenrate in der Schweiz, der Kohlenstoffgehalt im Boden oder die Konzentration von Schwebstoffen im Wasser sein.

Sehr hoch aufgelöste Modelle beziehen viele unterschiedliche Prozesse und unterschiedliche lokale Umweltbedingungen ein und benötigen zur Quantifizierung sehr viele Stoff- und Umweltparameter. Umgekehrt lassen sich die Modelle auch sehr stark vereinfachen: Zum Beispiel kann die ganze Schweiz zu einer einzigen „Box“ reduziert werden. Eine derartige Betrachtungsweise erfordert dann nur wenige Durchschnittswerte für Parameter wie die Regenrate

und erzielt umgekehrt nur einen groben Durchschnittswert für die Stoffkonzentrationen. Welcher „Detaillierungsgrad“ sowohl aussagekräftig genug als auch noch praktikabel ist, muss von Fall zu Fall bestimmt werden. Für diese Entscheidung sind neben den eigentlichen Modellrechnungen auch noch Unsicherheitsbetrachtungen notwendig, die Informationen über die Bandbreite der Resultate und die wichtigsten Einflussgrößen geben.

Modelle für langlebige organische Schadstoffe

Bisher wurden in den meisten Fällen bei der Bewertung von Industriechemikalien wie beispielsweise Farbstoffe, Lösungsmittel und Detergenzien nur die Stoffe selbst beurteilt, nicht aber ihre Umwandlungsprodukte. (Bei Pflanzenschutzmitteln hingegen ist es gesetzlich vorgeschrieben, dass auch die Umwandlungsprodukte bewertet werden.) Viele organische Chemikalien bilden jedoch strukturell ähnliche Umwandlungsprodukte, bevor sie

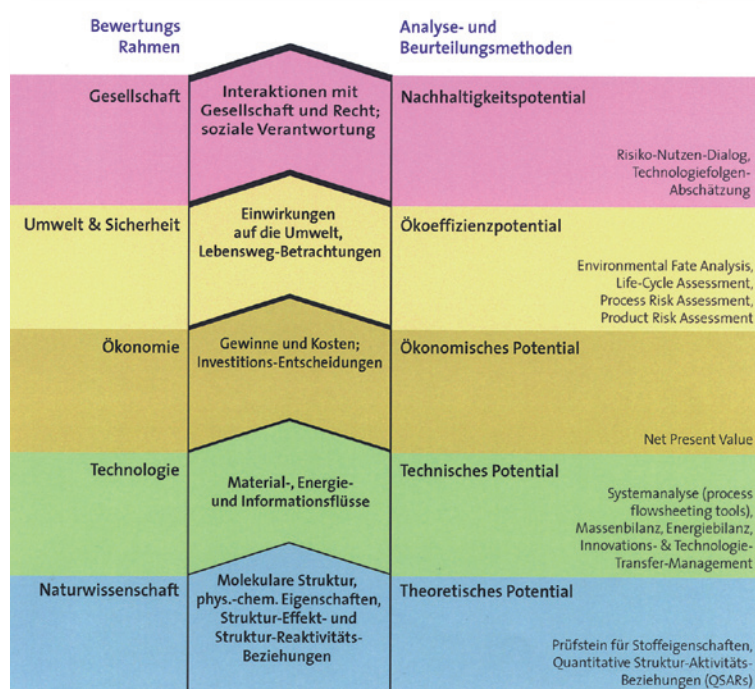


Abbildung 1: Bewertung chemischer Produkte und Prozesse (Quelle: K. Hungerbühler, K. Fenner, M. Scheringer, „Das Konzept der Fallstudien“, Mitteilungsblatt der Fachgruppe Umweltchemie und Ökotoxikologie der Gesellschaft Deutscher Chemiker Nr. 3/2000, S. 6).

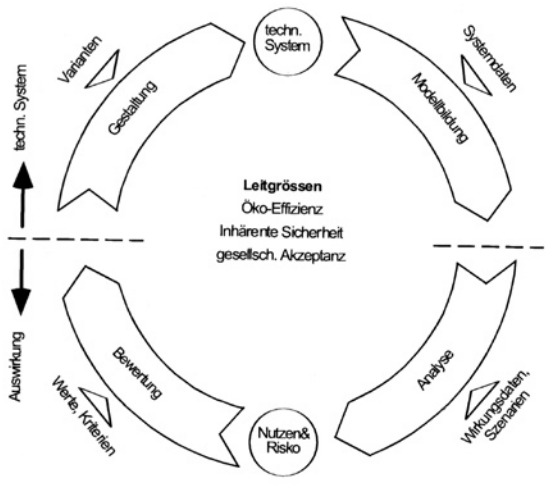


Abbildung 2: Modell der integrierten Entwicklung als iterativer Prozess. Im Kontext der chemischen Industrie ist ein technisches System ein chemischer Produkt- oder Prozesslebenszyklus (Quelle für die Abbildungen 2 und 3: Chemische Produkte & Prozesse, Prof. Konrad Hungerbühler, Laboratorium für Technische Chemie, ETHZ).

komplett zu Wasser, Kohlendioxid und Salzen mineralisiert werden. Im Fall der Nonylphenol-Ethoxy-late (industrielle Detergenzien) beispielsweise steigert sich die Persistenz von etwa 20 Tagen für den Ausgangsstoff allein auf ungefähr 100 Tage für die ganze Familie aus Ausgangsstoff und Umwandlungsprodukten.

Ein anderes Beispiel, bei dem Modellrechnungen mit einem globalen Verteilungsmodell hilfreich sein können, ist die Beurteilung von existierenden POPs (Persistent Organic Pollutants), an der die ETH in Kooperation mit dem BUWAL (Bundesamt für Umwelt, Wald und Landschaft) beteiligt ist. Bei diesen Substanzen handelt es sich um sehr langlebige organische Schadstoffe, die innerhalb der Biosphäre zu toxischen Wirkungen führen oder führen können. Ein besonderes Problem ist die Akkumulation von POPs in arktischen Ökosystemen und in der Nahrung der arktischen Bevölkerung.

(Die FCKW – Fluorchlorkohlenwasserstoffe – fallen nicht unter die Bezeichnung POPs. Sie gehören zwar ebenfalls zu den persistenten organischen Verbindungen, entfalten aber ihre problematische Wirkung nicht innerhalb der

Biosphäre, sondern in der Stratosphäre durch den Ozonabbau.)

In den letzten Jahren fanden unter der Federführung von UNEP (United Nations Environment Programme) Verhandlungen zur Formulierung einer internationalen Konvention über den Verzicht auf POPs statt. Darin eingeschlossen sind neun Pestizide wie beispielsweise Aldrin, Chlordan und DDT, weiterhin polychlorierte Biphenyle und polychlorierte Dibenzodioxine und -furane. Im Mai 2001 wurde die Konvention in Stockholm unterzeichnet, und die Ratifizierung ist voraussichtlich 2004 abgeschlossen. Die Modellrechnungen ermöglichen es, die kritischen Eigenschaften der existierenden POPs wie auch weiterer POP-Kandidaten besser zu verstehen.

Entscheidungsprozesse und Kommunikation

In der pharmazeutischen und agrochemischen Produktion werden meist unter großem Einsatz von Rohstoffen und Energie relativ kleine Mengen wertvoller Wirksubstanzen mit möglichst großem Wirkungspotential hergestellt. Dabei beträgt das Verhältnis der erzielten Produkteinheiten zu aufgewendeten Roh- und Hilfsstoffen bei der Herstellung von Grundchemikalien näherungsweise 1:10, von Feinchemikalien etwa 1:100, von Pharmazeutika 1:1000.

Vorausschauende Risikoabschätzungen machen sich schon deshalb bezahlt, da die Kosten für ein neues Produkt von der Entwicklung bis zur Marktreife im Sektor Agrochemikalien etwa 200 Millionen Franken und im Bereich Pharmazeutika schätzungsweise bis zu einer Milliarde Franken betragen können. Üblicherweise nimmt der Freiraum für das Design eines Produktes vom Beginn der Entwicklungsarbeiten bis zum Zeitpunkt der beabsichtigten Markteinführung immer weiter ab. Parallel dazu steigen dann die Kosten für auftretende Fehler während des Entwicklungsgangs. Bei der Gestaltung und Bewertung chemischer Produkte und Technologien sollte daher von Anfang an

die Bewertung der Umweltrelevanz in die Entwicklung eines industriellen Prozesses, den Bau einer Anlage oder bei der Auswahl eines Produktes mit einbezogen werden.

Die Fortschritte der chemischen Industrie bei der Entwicklung umweltverträglicher und sicherer Prozesse und Produkte werden in den GSU (Gesundheit, Sicherheit, Umwelt)-Berichten der Unternehmen dokumentiert: Diese geben Auskunft über Stoff- und Energieströme, über den Verbrauch an Ressourcen wie Wasser und Energie sowie an Rohmaterial, über Emissionswerte, Abfall- und Abwasseraufkommen, Recycling-Daten und informieren unter anderem mit Statistiken zur Unfallhäufigkeit über die Bereiche Gesundheit und Sicherheit. Um die Hauptauswirkungen einer Unternehmenstätigkeit auf die Umwelt abschätzen zu können, müssen die Zusammenhänge einer durch die Produktion verursachten Umweltveränderung richtig erkannt und der Zustand von Umweltsystemen sowie die Beteiligung Einzelner an der Umweltproblematik beschrieben werden.

Begriffserläuterungen

In der chemischen Produktion wird mit unterschiedlichsten Stoffen unter vielfältigen chemischen und physikalischen Bedingungen gearbeitet, und häufig sind eingesetzte Stoffe giftig, korrosiv, brennbar oder explosionsgefährlich. Produktion, Lagerung und Transport erfolgen in Prozessen und Anlagen, in denen eine Vielzahl von technischen Störungen und menschliches Fehlverhalten denkbar sind. Jede chemische Produktion ist selbst im Normalbetrieb eine Quelle für umweltbelastende Abfälle und Emissionen, und viele chemische Produkte gelangen nach dem Gebrauch in die Umwelt.

Ein **Umweltchemiker** beschäftigt sich mit der Verteilung, Umwandlung und dem Abbau anthropogener Chemikalien in der Umwelt wie auch mit ihrer analytischen Erfassung, ihrer Reaktivität unter unterschiedlichen

Umweltbedingungen sowie ihrer Zirkulation zwischen den Umweltmedien. Zur Umweltchemie zählen auch die Identifikation und Charakterisierung der Umwandlungsprodukte sowie der Aufnahmewege in die Organismen und der Bioakkumulation. Neben Untersuchungen im Feld werden Laborexperimente und Computermodellierungen durchgeführt, in denen die Umweltbedingungen vereinfacht werden.

Bei der **Green Chemistry (Nachhaltige Chemie)** geht es um Forschung zur Optimierung chemischer Produkte und Prozesse mit dem Ziel, Umweltbelastungen von Beginn an zu vermeiden. Es handelt sich hierbei um ein Konzept, welches neben der Umweltchemie auch die Synthesewege und die Prozessführung einbezieht.

Die **integrierte Entwicklung** ist eine systemorientierte Methode, die von Anfang an Sicherheit und Umweltschutz neben Qualität und Ökonomie in das Produkt- und Prozessdesign einzufügen sucht. Drei Schlüsselgrößen spielen dabei eine wichtige Rolle: Die **Ökoeffizienz** beschreibt das Verhältnis von Ökonomie zu Ökologie. Ihr Maß hängt von der Höhe der Wertschöpfung pro belasteter Umwelt ab. Anstatt resultierende Abfälle und Emissionen später durch Umwelttechnik zu entsorgen, sollte bereits der Ressourceneinsatz minimiert werden.

Die **inhärente Sicherheit** stellt eine Produkt- beziehungsweise Prozesseigenschaft dar, die eine Gefahr zwingend auf ein durch das Design vorbestimmtes und als tragbar erachtetes Maß begrenzt. Dieses wird durch die Größe des verbleibenden Gefahrenpotentials bestimmt. Auch hier geht es darum, Gefahren zu eliminieren anstatt diese nachfolgend durch Kontroll- und Sicherheitsmaßnahmen zu überwachen. Die **gesellschaftliche Akzeptanz** kann als sozialer Konsens bezüglich der Akzeptabilität eines Risikos verstanden werden. Bei akzeptierten Risiken wird der erwartete Nutzen größer eingeschätzt als der erwartete Schaden.

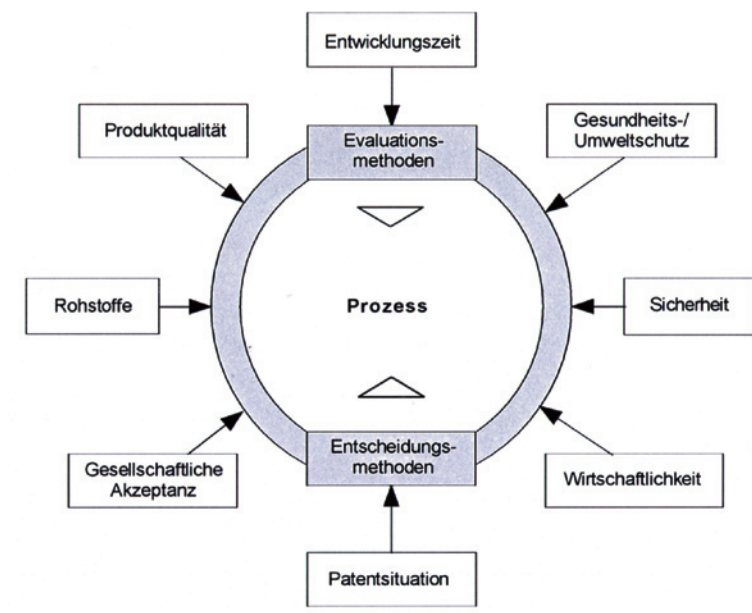


Abbildung 2: Bestimmungsgrößen der Prozessentwicklung: Die Informationen aus den verschiedenen Bereichen müssen in den Evaluations- und Entscheidungsmethoden zusammengeführt werden. Nur so können bestehende Zielkonflikte bewältigt werden.

tete Schaden. Im Gegensatz zur rein technischen Risikoperspektive hängt die gesellschaftliche Risikoeinschätzung auch von der individuellen und der kollektiven Risikowahrnehmung ab, die stark von der persönlichen Situation und vom sozialen Kontext der Bewertung geprägt ist. Gesellschaftsrelevante Risiken sollten vorab mit Betroffenen diskutiert werden, damit Widerstände ein Projekt nicht nachträglich in Frage stellen.

Zur Handhabung dieser Leitgrößen braucht es außerdem Umsetzungsinstrumente wie die **Ökobilanz**. Sie wird als systematisches Verfahren zur möglichst quantitativen Bestimmung der Umweltauswirkungen von Produkten und Prozessen im Betrachtungsrahmen ihres Lebenszyklus verstanden. Grundlage dieses Bewertungsinstrumentes ist die Bilanzierung von Stoff- und Energieverbrauch (Input) sowie den resultierenden Abfällen und Emissionen (Output) über den Lebenszyklus eines Produktes. Mit Hilfe der **Risikoanalyse** können vorausschauend Gefahren einbezogen und durch Analyse von möglichen Ursachen und Wirkungen das entsprechende Risiko ermittelt werden. Es folgt eine Risikobewertung und allenfalls eine Risikoreduktion durch gezielte Schutzmaßnahmen. Dabei werden

häufig Szenarien modelliert und auf Eintrittswahrscheinlichkeit und Schadenspotential hin analysiert und bewertet. Der **Nutzen-Risiko-Dialog** schließlich ermöglicht in diesem Zusammenhang einen zielgerichteten Informationsaustausch bezüglich Risiko und einbezogenem Nutzen. Er betrifft sowohl Wahrnehmung und Bewertung von Risiken als auch die beim Risikomanagement notwendigen Gegenmaßnahmen.

Barbara Brauckmann

Bei Fragen zu diesem Themenkreis wenden Sie sich an Prof. Konrad Hungerbühler, Laboratorium für Technische Chemie der ETH Zürich, Gruppe für Umwelt- und Sicherheitstechnologie; hungerb@tech.ch em.ethz.ch.

Literatur:

- Scheringer, M.: Persistenz und Reichweite von Umweltchemikalien, Wiley-VCH, Weinheim (1999; erweiterte englische Auflage 2002).
- Hungerbühler, K., Ranke, J., Mettler, T.: Chemische Produkte und Prozesse – Grundkonzepte zum umweltorientierten Design. Springer, Heidelberg (1998).
- Hungerbühler, K., Scheringer, M.: mündliche Mitteilungen.
- Hungerbühler, K.: Fallstudien an der ETH Zürich (siehe oben).

Materialien für die sichere Rückhaltung von Dioxinen

Schwarzer Kunststoff bindet Umweltgifte

Durch technische Neuerungen wird der Ausstoß von Dioxinen immer weiter reduziert. Östereichische Wissenschaftler entwickelten ein Verfahren zur Schadstoffverminderung durch Aktivkohle in der Stahlindustrie. Karlsruher Forschern gelang die Produktion von Dioxin absorbierendem Kunststoff.

In der Rauchgasreinigung von Verbrennungsanlagen bestehen viele Komponenten aus Kunststoffen, meist Polypropylen. An die Oberfläche dieser Kunststoffe lagert sich Dioxin aus dem Rauchgas an. Schon bei einer Temperaturerhöhung um wenige Grad können sich die Dioxine wieder von den Oberflächen lösen und ins Abgas zurückgelangen. Dieser „Memory-Effekt“ lässt sich durch eine Neuentwicklung des Forschungszentrums Karlsruhe unterbinden: Ursprünglich weißes Polypropylen wird mit Kohlenstoff-Partikeln vermischt. In dem nun schwarzen Kunststoff werden die Dioxine stärker gebunden, was die Freisetzung bei verfahrensbedingten Temperaturschwankungen verhindert.

Polypropylen ist ein handelsüblicher Kunststoff, es ist korrosionsbeständig, leicht verfügbar und preiswert. Diese Eigenschaften machen es zum idealen Konstruktionsmaterial für Bauteile in Abgasreinigungs-Systemen von

Verbrennungsanlagen. Frühere Untersuchungen haben gezeigt, dass Polypropylen leicht Dioxine absorbiert, diese bei höheren Temperaturen aber wieder freigesetzt werden. Diesen Memory-Effekt kann man sich beispielsweise bei der Konstruktion regenerierbarer Filter zunutze machen. An anderen Stellen ist der Effekt aber unerwünscht und führt zu vermeidbaren Umweltbelastungen oder erhöhtem technischen Aufwand. Nach längeren Standzeiten von Polypropylen-Bauteilen in der Rauchgasreinigung von Verbrennungsanlagen im Nieder-temperaturbereich unter 80 Grad Celsius sind Dioxine so stark auf den Polypropylen-Strukturen angereichert, dass schon verfahrensbedingte Temperaturerhöhungen von wenigen Grad zu einer erhöhten Freisetzung der Dioxine ins Abgas führen.

Aktivkohle in Polypropylen

Die Neuentwicklung des Forschungszentrums vermeidet diese Nachteile: Polypropylen wird homogen mit Kohlenstoffpartikeln (zum Beispiel Aktivkohle) versetzt und dann in Form gegossen. Durch die zugesetzten Kohlenstoffpartikel werden die im Polypropylen abgeschiedenen Dioxine stärker gebunden. Da die mechanischen und chemischen Eigenschaften der Polypropylen-Strukturen durch den Füllstoff nicht wesentlich verändert werden, kann das neue Material ohne zusätzlichen Aufwand für alle Bauteile verwendet werden, die bisher aus Polypropylen gefertigt wurden (zum Beispiel Füllkörper). Nach umfassenden Versuchen im Labor wurde das mit Kohlenstoff vermischte Polypropylen in großtechnischem Maßstab eingesetzt. An einer Hausmüllverbrennungsanlage konnte die Neuentwicklung ihre Tauglichkeit in der Praxis beweisen. Dazu wurden

– in Zusammenarbeit mit der schwedischen Firma Götaverken Miljö AB, einem Lizenzpartner des Forschungszentrums – die Polypropylen-Füllkörper eines Nasswäschers durch Füllkörper aus dem neuen Material ersetzt. Dieser Versuch läuft seit einem Jahr. Das Material konnte die Erwartungen in vollem Umfang erfüllen. Zwischenzeitlich wurden drei weitere Anlagen mit solchen Füllkörpern ausgerüstet. Die Entwicklung aus dem Forschungszentrum verbessert und verbilligt die aufwändige Rauchgasreinigung nach Verbrennungsprozessen.

Aktivkohle im Luftstrom

Weltweit gewinnt für die Erzeugung von Stahl Elektrostahlverfahren immer mehr an Bedeutung. Dies unter anderem deshalb, weil der dafür verwendete Elektrolichtbogenofen sowohl mit 100 Prozent Schrotteinsatz als auch mit beliebigen Mischungen aus Schrott und Roheisen betrieben werden kann. Die in diesem Schrott vorhandenen Bestandteile, wie Öle und Kunststoffe, führen allerdings zur Bildung von Abgasen, die Dioxine und andere für die Umwelt äußerst schädliche Stoffe freisetzen.

In Zusammenarbeit mit der Voestalpine Industrieanlagenbau können die Abgassysteme nun so konstruiert werden, dass einerseits die Einhaltung der gesetzlich vorgegebenen Umweltgrenzwerte bei der Stahlerzeugung garantiert ist und andererseits auch die Wirtschaftlichkeit der Unternehmen beibehalten werden kann. Dies gelingt durch eine Optimierung und Modifizierung der bestehenden Abgassysteme beziehungsweise durch das Einblasen von Aktivkohle in den Abgasstrom, wodurch die Schadstoffe an die Kohlepartikel gebunden und über einen Filter abgeschieden werden können.

Mit Kohlenstoff versetztes Polypropylen kann Dioxine filtern (Foto: FZK).



Produktpiraten das Handwerk legen

Markieren mit Biomolekülen

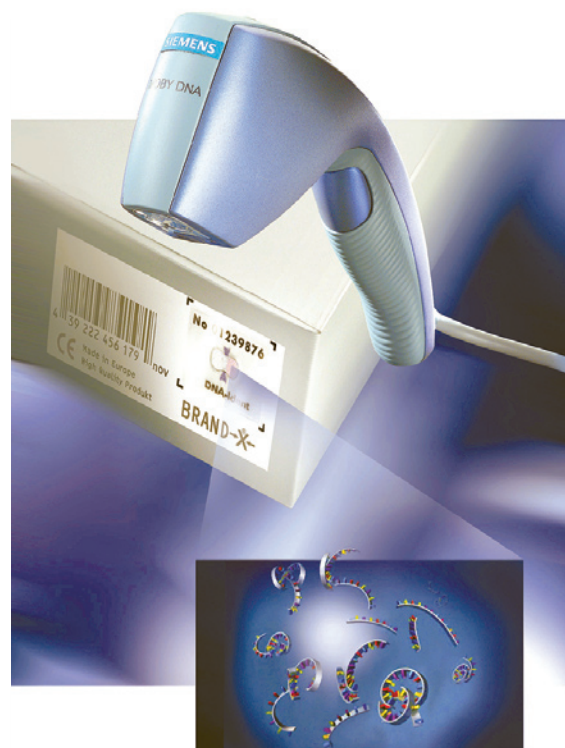
Markenpiraterie verursacht Schätzungen zufolge weltweit einen Schaden von 300 Milliarden US-Dollar pro Jahr – besonders oft trifft es Software, Prozessoren oder Zigaretten. Aber auch Medikamente können als Fälschungen auf den Markt gelangen. Ende September diskutierten Experten in Genf auf dem ersten weltweiten Forum zur Markenpiraterie bei Pharmaka über Gegenmaßnahmen. Selbst vor Laborgeräten machen Fälscher nicht Halt. So werden auch Laboröfen und Mikrowellengeräte bald ein „brandprotection“ Label tragen.

Einen wirkungsvollen Schutz vor Fälschungen bietet ein biologisches Codierverfahren des Biotechnologie-Unternehmens November AG. Zum Test auf Echtheit eines gekennzeichneten Produktes benötigt man einen Stift mit einer Detektionsflüssigkeit und ein Lesegerät. Die Technik beruht auf der Eigenschaft der DNS als Informationsträger. Die Etiketten enthalten einzelsträngige DNS aus 20 bis 30 Bausteinen. Die Zahl der Kombinationen entspricht vier hoch der Anzahl der Bausteine – bei 20 sind es mehr als eine Billion Möglichkeiten. Wenn der codierende Einzelstrang mit dem einzig passenden Strang aus dem Stift zusammenkommt, bildet sich ein Doppelstrang, der zusätzlich mit einem fluoreszierenden Farbstoff verbunden ist. Das Lesegerät erfasst die Fluoreszenz und bestätigt mit einem Signal die Echtheit des Etiketts.

Das System kann nicht überlistet werden: Die DNS-Stränge sind zu kurz und ihre Konzentration zu gering, um ihre Abfolge mit den zur Zeit verfügbaren Verfahren analysieren zu können. Außerdem befinden sich zur Verschleierung in der Detektionsflüssigkeit und auf dem Etikett eine Vielzahl weiterer Stränge, die ein Fälscher

nicht von dem Markierungsstrang unterscheiden kann. Mit einem Etikett, das bereits den Fluoreszenzfarbstoff enthält, kann das Auslesegerät auch nicht überlistet werden, da der Ausleseprozess zweistufig gestaltet ist und bei den zwei Messvorgängen eine Änderung des detektierten Signals erfolgen muss.

Die November AG liefert solche Sicherheitsetiketten mit synthetisch hergestellten DNS-Molekülen. Mit Siemens AG Automation & Drives wurde gemeinsam ein entsprechender Scanner entwickelt, mit dem die Etiketten schnell und vor Ort auf Echtheit überprüft werden können. Das System „brandprotection“ wird jetzt vom Pharmakonzern Bristol-Myers Squibb in einem Feldversuch getestet. Das Unternehmen will so die Vertriebskette seiner Medikamente kontrollieren. Auch die Linn High Therm GmbH hat nun eine Vereinbarung mit der November AG zum Schutz Ihrer Geräte getroffen. Die geplante Kennzeichnung umfasst sowohl die



Das biologische Codierverfahren für Etiketten befindet sich noch im Versuchsstadium (Foto: Siemens AG).

Verpackung als auch das Produkt selbst sowie sämtliche Ersatzteile. Zusätzlich werden die Produkte direkt dauerhaft mit Hilfe der „brandsealing“ Technologie der November AG fälschungssicher gekennzeichnet. Diese mechanisch besonders stabilen Markierungen zeigen einen maschinenlasbaren Kippfarbeneffekt.

Wie ein Chemieunternehmen Gefühle analysiert: „Emotional Assessment“

Wenn Wolf Eisfeld morgens seinen Arbeitsplatz beim Chemieunternehmen Cognis in Düsseldorf betritt, dann erwarten ihn nicht chemische Formeln und Wirkstoffe, sondern das Reich der Emotionen. Denn sein Aufgabengebiet ist die Analyse der sinnlichen Wahrnehmung von Produkteigenschaften.

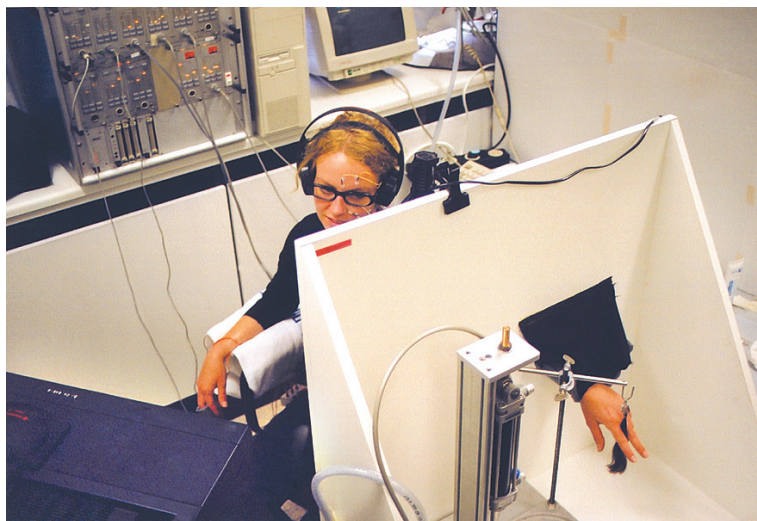
Insbesondere im Kosmetikbereich spielen diese Aspekte für die Entwicklung von Produktkonzepten eine zunehmend größere

Rolle: Neben der objektiv messbaren Qualität und den sensorischen Eigenschaften hat die individuelle Wahrnehmung einen entscheidenden Einfluss auf die Kaufentscheidung. Waschaktiv zum Beispiel ist jedes Shampoo, aber ist die Konsistenz des Schaums angenehm? Und wie fühlt sich das Haar nach dem Waschen und beim Kämmen an?

Diese Erkenntnisse gewinnt Eisfeld im „Emotional Assessment“ (gefühlsmäßige Einschätzung), und sie fließen in die Konzeption von neuen Produkten mit ein. Die-

se Testmethode stellt neben den beiden klassischen Bewertungsverfahren – der physikalischen Messung objektiv erfassbarer Eigenschaften und der Befragung von geschulten Versuchspersonen – eine dritte Säule dar, die Cognis zur Beurteilung von Produkteigenschaften einsetzt. Das Emotional Assessment erlaubt es, ein komplettes und objektiviertes psychologisches Profil eines Produkts zu gewinnen.

Gefühlsregungen beim Kontakt der Probanden mit dem Produkt äußern sich in messbaren Veränderungen der Hautleitfähigkeit, durch kleinste Muskelbewegungen im Gesicht, durch die Beschleunigung des Herzschlags oder bei der Durchblutung einzelner Körperschichten. Die hier gewonnenen Daten dienen zur Objektivierung der bei der Personenbefragung er-



Ist die Schaum-Konsistenz eines Shampoos angenehm? Fühlt sich das Haar nach dem Waschen und beim Kämmen gut an? Das Emotional Assessment von Cognis gibt Antworten (Foto: Cognis).

mittelten Aussagen. Zudem runden sie die Ergebnisse von technischen Messungen durch Roboter ab, wie etwa die Registrierung des Widerstandes beim Kämmen von gewaschenem Haar.

Aufgeklärt:

Architektur einer Protein-Transport-Maschine

Proteine müssen an bestimmte Orte in der Zelle oder auch nach außen gebracht werden. Wissenschaftler am Max-Planck-Institut für Biophysik haben jetzt die Struktur einer weit verbreiteten Protein-Transport-Maschine aufgeklärt, die neue Einblicke ermöglicht, auf welche Weise Proteine durch Zellmembranen transportiert werden.

Das wichtigste Protein-Transportsystem in bakteriellen Zellen ist das Sec-System (von Sekretion). Ein Vergleich von Gensequenzen hat gezeigt, dass das Sec-System

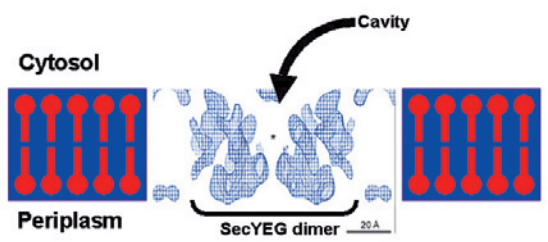
einem weit verbreiteten Transportsystem ähnlich ist, das in höheren Organismen und auch in menschlichen Zellen für den intrazellulären Proteintransport verantwortlich ist. Das Sec-System des Bakteriums *Escherichia coli* besteht aus drei Proteinen, die man als „SecY“, „SecE“ und „SecG“ bezeichnet. Dieses System übernimmt die meisten Protein-Transportaufgaben im Bakterium sowie den Einbau bestimmter Proteine in die Membran selbst. Die transportierten Proteine enthalten eine Signalsequenz, die – ähnlich wie eine Postleitzahl – von der Transportmaschinerie erkannt wird. Die neuen Genprodukte werden dann durch einen Kanal geschleust, den die Sec-Maschine in der Membran bildet.

Eine Arbeitsgruppe um Dr. Ian Collinson am Max-Planck-Institut für Biophysik in Frankfurt/Main hat jetzt erste Bilder vom räumlichen Aufbau dieser Protein-Transport-Maschine in der Zellmembran

gewonnen. Den Forschern gelang es kleine, zweidimensionale Kristalle des Sec-Komplexes zu erzeugen und dessen räumliche Struktur mit Hilfe der Kryo-Elektronenmikroskopie aufzuklären. Die ganze Transportmaschine misst lediglich zwölf mal sechs Nanometer.

Die Bilder zeigen, dass der Komplex aus zwei gleichen Sec-Einheiten besteht. Die Frankfurter Forscher gehen davon aus, dass diese Anordnung der aktiven Form des Sec-Komplexes in der lebenden Zelle entspricht. In jeder der beiden Einheiten haben sie 15 Strukturelemente entdeckt, die die Membran durchspannen. An der Grenzfläche zwischen den beiden Sec-Einheiten fanden sie eine Vertiefung, die wahrscheinlich den geschlossenen Transportkanal darstellt. Möglicherweise wird dieser Kanal durch einfache Umorientierung bestimmter Strukturelemente im Inneren des Sec-Komplexes geöffnet und geschlossen.

Seitenansicht des SecYEG-Komplexes. In der Mitte ist die Vertiefung sichtbar, die vermutlich den geschlossenen Transportkanal darstellt (Foto: Max-Planck-Institut für Biophysik).



Herstellung und Betrieb von Brennstoffzellenanlagen

Celanese AG und Fraunhofer Institut als Vorreiter

Viele Experten sehen in der Brennstoffzelle eine neue Basistechnologie, die große Bereiche von Wirtschaft, Energie und Verkehr deutlich umwandeln wird (siehe auch CLB 7/2002 Seiten 248 ff und 271). Die Brennstoffzellentechnologie ist auch bereits ein Thema im Schulunterricht. Das Fraunhofer-Institut für Umwelt-, Sicherheits- und Energietechnik (Umsicht) ließ sich kürzlich eine komplette Brennstoffzelle aus Kanada liefern. Jetzt stellt die Celanese AG Membran-Elektroden-Einheiten für Brennstoffzellen auch in Deutschland her.

In Kronberg nahm Celanese die weltweit einmalige Pilotanlage für Hochtemperatur Membran-Elektroden-Einheiten (MEE) für Brennstoffzellen in Betrieb. Mit ihr will die Firma ihre Brennstoffzellentechnologie weiterentwickeln, die Herstellverfahren optimieren und den schnell wachsenden Markt bemustern.

Kernstück einer Polymer-Elektrolyt-Membran (PEM)-Brennstoffzelle ist die MEE, in der Wasserstoff und Sauerstoff zu Elektrizität und Wärme reagieren. Die PEM-Brennstoffzelle kann in nahezu allen Anwendungen eingesetzt werden, von der Mikroanwendung in Mobiltelefonen, stationären Anwendungen in Wohnhäusern und

Die „School Methanol-Brennstoffzelle“ ist eine PEM-Brennstoffzelle für den Betrieb mit 1-3% Methanol-Lösung und Luft und einer Leistung von 50 Milliwatt (Foto: Heliocentris)



kleinen Kraftwerken, bis hin zu mobilen Anwendungen in Auto und Bus. Celanese hat eine Hochtemperatur-MEE entwickelt, die gegenüber Niedertemperatursystemen viele Vorteile aufweist. Aufgrund der Betriebstemperatur von bis zu 200 Grad Celsius wird die Brennstoffzelle unempfindlicher gegenüber Verunreinigungen des Wasserstoffgases mit Kohlenmonoxid. Darüber hinaus wird auch das Wasser- und Wärmemanagement des Brennstoffzellensystems einfacher und kostengünstiger.

Die MEE besteht aus einer Membran, Katalysatoren und Gasdiffusionsschichten. Die Celanese Membran Celtec basiert auf dem temperaturbeständigen Kunststoff Polybenzimidazol PBI.

Das Fraunhofer-Institut für Umwelt-, Sicherheits- und Energietechnik (Umsicht) ließ sich seine PEM (Proton Exchange Membrane) Brennstoffzelle von Vancouver nach Oberhausen liefern. Kombiniert mit einer Mikroturbine, einem Gasmotor und einer Kältemaschine, muss die 20 Tonnen schwere und sieben Meter lange Brennstoffzelle nach weniger als einem Jahr Bauzeit ihre Leistungsfähigkeit als dezentrales Energieversorgungssystem zur integrierten Strom-, Wärme-, und Kälteversorgung unter Beweis stellen. Neben der ingenieurtechnischen Herausforderung, die apparativen Komponenten optimal miteinander zu verbinden, freut sich Dr. Ralf Hiller, Leiter Brennstoffzellensysteme von Umsicht, besonders auf den Versuchsbetrieb, der wichtige Erfahrungen bezüglich Betriebsverhalten, Zuverlässigkeit, Wirkungsgrad und Betriebskosten und somit Aussagen über die Alltagstauglichkeit der Anlage liefern wird.

„Noch verwenden wir Erdgas, doch wenn wir gemeinsam mit unseren Partnern genügend Erfahrungen gesammelt haben, werden

wir die Anlage mittelfristig auf Grubengas umstellen“, so Hillers Zukunftsprognose.

Die „PEM-Oberhausen“ erzeugt zu allererst natürlich Strom: 212 kW, das reicht, um einige Hundert Einfamilienhäuser mit Strom zu versorgen. Der nach der Versorgung des Instituts überschüssige Strom wird ins kommunale Netz eingespeist. Doch auch Prozesswärme fällt an, und das mit 240 Kilowatt Leistung nicht zu knapp. Sie wird dazu verwendet, das Institutsgebäude zu heizen, wird aber auch durch Kopplung mit einer thermischen Kältemaschine zur Kälteerzeugung genutzt. Damit nicht genug: Eine in das Energieversorgungssystem integrierte Mikroturbine erzeugt noch einmal halb so viel Strom und Wärme wie die Brennstoffzelle.

Schülerübungs Kästen

Die Heliocentris Energiesysteme GmbH in Berlin bietet ein vollständig ausgearbeitetes Lehrprogramm zum Thema Brennstoffzellen an. In ausgewählten Schülerexperimenten werden grundlegende naturwissenschaftliche Sachverhalte aus den Chemie- und Physik-Rahmenplänen am Beispiel der Brennstoffzellentechnologie vermittelt. Themen wie zum Beispiel Energieumwandlung, Faraday-Gesetze oder Wirkungsgrad, werden damit abgedeckt. MB

Startklar für den Betrieb am Netz (Foto: Fraunhofer Gesellschaft).



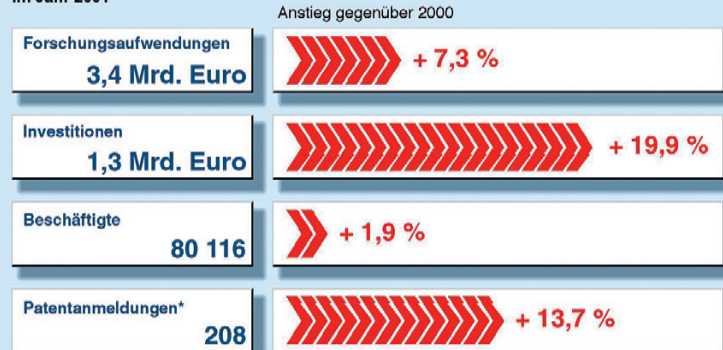
VFA legt mit „Statistics 2002“ die aktuellen Branchen-Daten vor Anschluss verpasst: Pharmastandort Deutschland

Die forschenden Arzneimittelhersteller sind weiterhin eine stabile Größe für den Standort Deutschland. Dieses Fazit zog Cornelia Yzer, Hauptgeschäftsführerin des Verbandes Forschender Arzneimittelhersteller (VFA), bei der Vorstellung von „Statistics 2002“, den aktuellen Daten der Arzneimittelindustrie in Deutschland.

Yzer verwies darauf, dass die VFA-Mitgliedsunternehmen in 2001 ihre Investitionen mit knapp 1,3 Milliarden Euro um 19,9 Prozent gesteigert hätten. Die Zahl der Beschäftigten sei um 1,9 Prozent auf 80 116 Mitarbeiter angewachsen, während der Zuwachs im Bundesdurchschnitt aller Branchen nur bei 0,2 Prozent gelegen habe. „Im internationalen Vergleich hat der Standort jedoch den Anschluss an die Weltspitze verloren“, erklärte die VFA-Hauptgeschäftsführerin. So konnten die VFA-Mitglieder im Jahr 2001 zwar ihren Umsatz um 9,4 Prozent auf insgesamt 21,3 Milliarden Euro steigern, „damit gehört Deutschland weltweit allerdings erneut zu den unterdurchschnittlich wachsenden Märkten“.

Mehr Investitionen in Innovationen

Engagement der forschenden Arzneimittelhersteller in Deutschland im Jahr 2001



*zu Arzneimitteln mit biotechnischem Bezug

Quelle: Verband Forschender Arzneimittelhersteller

„Nur ein Wachstumsmarkt zieht Forschung, Entwicklung und Produktion an. Der Wachstumsmarkt Gesundheit muss sich auch in Deutschland entwickeln können“, forderte die Hauptgeschäftsführerin des VFA (Grafik: VFA).

Auch beim Zugang zu innovativen Arzneimitteln liege Deutschland auf den hinteren Plätzen. Yzer: „Zwar hat die Abschaffung der Arzneimittelbudgets 2001 eine Trendwende gebracht, doch die Versorgungsdefizite haben sich dadurch nicht signifikant abbauen lassen.“ So entfielen auf einen Euro, den die Krankenkassen im Jahr 2001 ausgaben, lediglich 3,7 Cent auf innovative Arzneimittel.

Diese Marktentwicklung verstärkt nach Yzers Einschätzung den

„seit Jahren anhaltenden Trend“ zur Investitionsverlagerung. Noch 1997 habe Deutschland bei den Ausgaben für Forschung und Entwicklung hinter den in der Arzneimittelforschung mit Abstand führenden USA innerhalb Europas auf dem ersten Platz gelegen. „Inzwischen haben uns Großbritannien und Frankreich auf den dritten Platz verwiesen“, stellte Yzer fest. Großbritannien beschäftige inzwischen auch mehr Mitarbeiter in Forschung und Entwicklung als Deutschland.

Kostet Rohöl bald wieder 40 Dollar pro Barrel?

Öl kann kurzfristig teuer werden, sagt das DIW in Berlin.

Obwohl die Ölnachfrage nicht zuletzt wegen des geringen Wirtschaftswachstums im ersten Halbjahr 2002 schwächer als erwartet ausfiel und die OPEC mehr Öl produzierte als Anfang des Jahres vereinbart, sind die Preise für Brent-Rohöl von Januar bis Mitte September um nahezu die Hälfte, auf über 28 US-Dollar je Barrel, gestiegen. Zu diesem Preisschub dürften auch Spekulationen über die Folgen einer militärischen Intervention der USA

im Irak beigetragen haben. Die OPEC war auf ihrer Konferenz am 19. September in Osaka trotz der aktuellen Unsicherheit über die weitere Entwicklung der Weltkonjunktur und des Ölverbrauchs nicht bereit, ihre Produktion sofort zu steigern, um die Märkte zu beruhigen. Sie hat vielmehr ihre bestehenden Produktionsquoten und ihr Preisziel von 22 bis 28 US-Dollar je Barrel OPEC-Oel bestätigt. Nach der Konferenz sind die Preise weiter gestiegen; am 23. September hat auch der Preis für OPEC-Öl die 28-Dollar-Marke

überschritten. Sollte dies an 20 aufeinander folgenden Handelstagen anhalten, sieht der Preisbandmechanismus der OPEC automatische Produktionssteigerungen vor.

Aktuell sind ausreichende Reservekapazitäten und Lagerbestände verfügbar, um in einer im Wesentlichen auf den Irak beschränkten Krise Versorgungsengpässe zu vermeiden. Preisausschläge wie im Golfkrieg 1990/91, als der Rohölpreis kurzfristig auf 40 US-Dollar je Barrel anzog, können freilich nicht ausgeschlossen werden.

Informationssysteme halten wettbewerbsfähig US-Markt für LIMS

Der zunehmende Einsatz von Computern in Labors und strengere Vorschriften in der Pharmaindustrie und verwandten Branchen sind die zentralen Wachstumsmotoren für Laborinformations- und Management-Systeme (LIMS). Entsprechend prognostiziert die internationale Unternehmensberatung Frost & Sullivan dem US-amerikanischen Markt für LIMS ein Umsatzwachstum von knapp 125 Millionen US-Dollar im Jahr 2001 auf mehr als 305 Millionen US-Dollar im Jahr 2007. Das entspricht einer durchschnittlichen jährlichen Umsatzwachstumsrate von 16,1 Prozent.

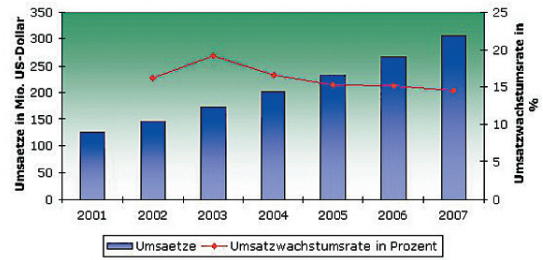
„Der kommerzielle LIMS-Markt hat sich seit den 1980ern stetig weiterentwickelt,“ so Justin Saeks, Research Analyst bei Frost & Sullivan. Ausgehend von reinen Applikationen zur Erfassung, Verwaltung und Dokumentation von Daten in der Qualitätskontrolle haben sich die Systeme zunehmend in die präklinische und klinische Forschung sowie die Produktion ausgedehnt. Zu Beginn noch äußerst wartungsintensiv und fast ausschließlich von Experten nutzbar, wurden LIMS außerdem immer anwenderfreundlicher.

Da LIMS die Zentralisierung von Information ermöglicht, die dann von Mitarbeitern, Kunden und Regulierungsinstanzen gleichermaßen abgerufen werden kann, sind immer mehr Labors an entsprechenden Lösungen interessiert. Die anhaltende Investitionsbereitschaft in die informationsintensive Life-Science-Industrie wird die Nachfrage weiter ankurbeln und damit den Trend zur Verbesserung der Integration in F&E-orientierten Labors voran treiben. „Bisher waren die LIMS-Anbieter vor allem auf die Zielmärkte Qualitätssicherung/Qualitätskontrolle- und andere Routinetest-Labors orientiert,“

erläutert Saeks. „Jetzt verschiebt sich der Schwerpunkt in Richtung Forschung und Entwicklung und weitere Segmente.“

Die Ausstattung von F&E-Labors mit LIMS eröffnet den Systemanbietern zusätzlich die Möglichkeit, sich im derzeit äußerst lukrativen Markt für Wirkstoffforschung und -entwicklung zu engagieren. Vielen potenziellen Kunden mangelt es am technischen Know-how, wenn es um die Implementierung eigener Systeme geht. Selbst Unternehmen mit kompetenten IT-Abteilungen sind laut Frost & Sullivan weitgehend auf kommerzielle LIMS-Produkte angewiesen.

Wer sich im Markt durchsetzen will, muss qualitativ hochwertige Systeme zu niedrigen Preisen bieten können, da viele Kunden einen Anbieterwechsel aus Kostengründen nicht scheuen. Die Fähigkeit, ein Produkt an den individuellen Workflow eines speziellen Labors anzupassen, wird voraussichtlich viele kleinere Kunden anziehen, für die der Preis ein wichtiges Entscheidungskriterium darstellt. Weitere Wachstumsmöglichkeiten



US-Markt für Laborinformations- und Management-Systeme (LIMS) (Quelle: Frost und Sullivan).

ergeben sich aus dem Bedarf an LIMS-Upgrades vor allem von Seiten kleiner Kunden. Wem es gelingt, falsche Versprechen zu vermeiden, wird sich dadurch auf der Basis von Vertrauen und Loyalität einen festen Kundenstamm sichern können.

Aus Kundenperspektive ist die Implementierung eines LIMS einer der besten Wege, wettbewerbsfähig zu bleiben. „Mit LIMS lassen sich nicht nur Prozesse im Bereich Qualitätssicherung/Qualitätskontrolle verbessern, sondern auch Kosten und Ressourcen sparen,“ meint Saeks. Zu den führenden Anbietern im Markt gehören Thermo Labsystems mit einem Umsatzanteil von 15,1 Prozent im Jahr 2001, gefolgt von Applied Biosystems (13,5 Prozent) und Lab-Vantage Solutions (9,7 Prozent).

Die Magdeburger Alternative zu den Hartz-Vorschlägen

Die Umsetzung der Vorschläge der Hartz-Kommission wird die Arbeitsvermittlung verbessern und die Arbeitssuche der Arbeitslosen intensivieren. Sie wird jedoch kaum neue Arbeitsplätze schaffen. Dieses Resümee ziehen Joachim Weimann und Ronnie Schoeb, beide Wirtschaftswissenschaftler an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg. „Wenn es nicht gelingt, die Arbeitskosten, insbesondere im Niedriglohnsektor, substantiell zu senken, können auch die effizientesten Job Center nicht helfen, die Massenarbeitslosigkeit abzubauen. Was wir brauchen sind neue Jobs – und die werden die Unternehmen nur schaffen, wenn die Arbeitskosten runtergehen“, schätzen die beiden Professoren ein. Sie fordern deshalb, dass die Bundesregierung die gesamten Sozialversicherungsabgaben bei Neueinstellung von Arbeitslosenhilfe- und Sozialhilfebeziehern in der untersten Tariflohngruppe übernimmt. Dies würde die Arbeitskosten für die Unternehmen sofort um ein Drittel senken ohne dass deshalb zugleich die Nettolöhne fallen müssten. Eingebettet in ein umfassendes Reformprogramm, das wie die Hartz-Vorschläge eine effizientere Arbeitsvermittlung und verstärkte Anreize zur Arbeitsaufnahme vorsieht, liessen sich bis zu 1,3 Millionen neue Arbeitsplätze schaffen. Wie die beiden Wissenschaftler in ihrem Vorschlag „Die Magdeburger Alternative“ zeigen, ist dies ohne zusätzliche Kosten für die öffentlichen Kassen zu bewerkstelligen.

Von der Mikroskopie zur Nanoskopie

Wenn Siliciumcarbid heller leuchtet als Gold

Die Mikroskopie dringt in immer kleinere Bereiche vor. Dazu notwendige Techniken wurden in jüngster Zeit von verschiedenen Forschergruppen entwickelt und verbessert. Hydrophobe Sensoren und Titansubstrate optimierten in Ulm die Nahfeld-optische Analyse. In Martinsried führte die Kombination eines Rastersondenmikroskops mit Lasertechnik zu Erfolgen und in Göttingen erarbeitete man eine Verbesserung der Fluoreszenzmikroskopie.

Das Auflösungsvermögen eines Lichtmikroskops ist in Abhängigkeit von der Ausdehnung des auf die Probe fokussierten Lichtstrahls begrenzt. Noch der kleinste Lichtfokus hat infolge von Beugungseffekten eine Ausdehnung, die mindestens einem Drittel der Wellenlänge entspricht (Abbe-Limit). Die prinzipielle Natur dieses Problems führte zur Entwicklung des Elektronenmikroskops und in jüngerer Zeit des Rastertunnel- und Rasterkraftmikroskops. Diese Mikroskope sind äußerst leistungsfähig und verfügen mittlerweile über eine molekulare Auflösung. Doch sie haben entscheidende Nachteile – sie machen kleinste Details zumeist nur auf der Oberfläche von Proben sichtbar und sind nicht in flüssigem Medium anwendbar.

Bereits vor zwei Jahren zeigten Forscher der Arbeitsgruppe „Hochauflösende Optische Mikroskopie“ des Max-Planck-Instituts für biophysikalische Chemie in Göttingen, dass man mit Hilfe des aus der Laserphysik bekann-

ten Phänomens der stimulierten Emission den fokalen Fleck eines Fluoreszenzmikroskops bis um das Fünffache verkleinern kann. Dabei werden die als Marker eingesetzten Farbstoffmoleküle, kurz nachdem sie mit einem (grünen) Lichtpuls angeregt wurden, von einem darauffolgenden stimulierenden (roten) Lichtpuls wieder abgeregt (Stimulated emission deletion, STED). Der abregende Puls wird ringförmig um den Anregungsfokus angeordnet, so dass die Moleküle in der Mitte des Rings vom Abregen verschont bleiben und das übrig gebliebene Fluoreszenzlicht somit aus einem viel schärferen Fleck stammt.

Unabhängig von der STED-Mikroskopie haben die Max-Planck-Forscher auch das 4Pi-konfokale Mikroskop konzipiert und gebaut. In diesem Verfahren werden zwei hochauflösende Objektive so auf denselben Punkt gerichtet, dass das beleuchtende Licht in einem gemeinsamen Fokus interferiert. Mit diesem Trick konnten sie die Auflösung eines Fluoreszenzmikroskops entlang der optischen Achse (Z) verdrei- bis versiebenfachen.

STED-4Pi-Mikroskop

Nun ist es gelungen, durch das synergetische Verbinden der beiden

Mikroskopie-Prinzipien die axiale Auflösung eines Fluoreszenz-Mikroskops um mehr als das Fünffache zu steigern und damit erstmals in den Bereich von einigen Dutzend Nanometern vorzustoßen. In dem neuen „STED-4Pi-Mikroskop“ werden Farbstoffmoleküle – wie bei einem ‚normalen‘ STED-Mikroskop – mit kurzwelligen grünen Laserpulsen angeregt, und mit rotverschobenen Laserpulsen durch stimulierte Emission wieder abgeregt. Der Unterschied besteht jedoch darin, dass hier der stimulierende Strahl dem Fokuspunkt über zwei gegeneinander gerichtete Objektive zugeführt wird – wie bei einem 4Pi-Mikroskop (Abbildung 1). Damit können Wissenschaftler zum Beispiel bei einem membrangefärbten Bakterium in wässriger Umgebung Details sichtbar machen, die bisher mit fokussierender Fluoreszenzmikroskopie verborgen geblieben sind. Problematisch bleiben aber die eingesetzten Marker, die das Biosystem beeinflussen können.

Nanolupe

Mit einer anderen Kombination von Techniken erreichte ein Forscherteam der Abteilung „Molekulare Strukturbiologie“ des Max-Planck-Instituts für Biochemie

Abbildung 1: Funktionsprinzip des STED-4Pi-Mikroskops: Die Interferenz der beiden roten Lichtpulse in einem gemeinsamen Fokuspunkt und die ausgeprägte, gesättigte Abregung der Fluoreszenz durch STED schnürt den fluoreszierenden Fleck entlang der optischen Achse (Z) ein. Der Fokus wird dadurch zu einem schmalen Diskus von nur 30-40 Nanometer Durchmesser, nur gut einem Zwanzigstel der Wellenlänge des in diesem Experiment benutzten Lichts (750 Nanometer) (Grafik: Max-Planck-Institut für biophysikalische Chemie).

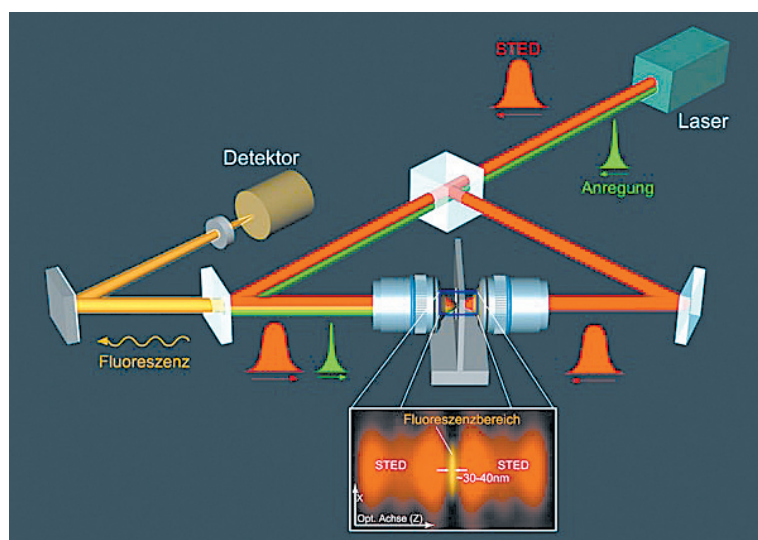
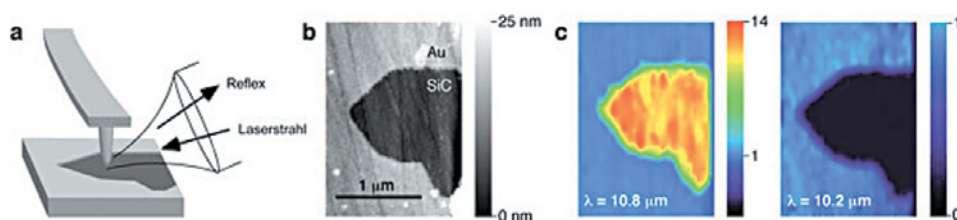


Abbildung 2: Ein in Gold (Au) eingebetteter Siliziumkarbid-Kristall (SiC) unter dem Nahfeldmikroskop. a: Schematische Darstellung der Abtastspitze und des auf die Probe gerichteten Laserstrahls. Die Pfeile verdeutlichen das genau auf die Abtastspitze gerichtete Infrarotlicht und den Reflex, der durch die Resonanz der Schwingungen des Kristallgitters verstärkt wird. b: Topographisches Abbild einer Gold-Siliziumkarbid-Probe. c: Infrarotbilder außerhalb und innerhalb der Resonanz (die Farbskala gibt die Signalamplitude wieder): Die Phonon-Resonanz des Siliziumkarbid-Kristalls tritt bei einer Wellenlänge von 10,8 Mikrometer auf und zeigt sich als stark erhöhte Helligkeit gegenüber dem umgebenden Gold. Bei 10,2 Mikrometer kehrt sich der Kontrast genau um und Gold reflektiert stärker als der Kristall (Abbildung: Hillenbrand, MPI).



für die Wechselwirkung von Siliziumkarbid-Kristallen mit dem Laser bei 10,8 Mikrometer Wellenlänge liegen müsste. Als sie ihre Abtastantenne in einem Abstand von weniger als 30 Nanometern an den Kristall heranführten, stellten sie fest, dass sich das Infrarotspektrum des Kristalls in diesen nanoskopisch kleinen Dimensionen völlig veränderte. Während der Kristall bei Infrarotbeleuchtung normalerweise metallisch glänzt, leuchtet er im Nano-Zoom hell und „farbig“ auf. Im Infrarotbild zeigt sich diese Resonanz dadurch, dass der Siliziumkarbid-Kristall im Vergleich zu Gold etwa 200 Mal heller aufleuchtet.

Mit ihrem Experiment hat die Arbeitsgruppe erstmals den praktischen Beweis für die Phonon-Resonanz geliefert, die die Wissenschaftler „Phonon-verstärkte Nahfeldwechselwirkung“ nennen. Die extreme Frequenzschärfe der Resonanz (unter einem Prozent) bedeutet für die Technik einen großen Fortschritt: Schon kleinste Veränderungen in einem Kristall – sei es durch Verzerrung oder Verschmutzung – verstimmen die Resonanz und werden mit dem neuen „Nanoskop“ leicht erkannt. So sollte man im Nahfeld-Infrarotmikroskop bei zehn Nanometer Auflösung auch einzelne Komponenten von Mischkristallen, zum Beispiel in Ölschiefer und Meteoriten, deutlich unterscheiden können.

Optische Nahfeld-Mikroskopie

Die Nahfeld-optische Analyse (NOA) ist seit rund zehn Jahren technisch realisiert als SNOM (Scanning Near-field Optical Microscopy). Im SNOM erfolgt die Abbildung über einen sehr spitzen optischen Sensor. Dieser oszilliert

in einer stabilen Resonanzfrequenz im Abstand von wenigen Nanometern im Nahfeld des Meßobjekts, während er dessen Oberfläche rastert. Im SNOM ist die Auflösung theoretisch unbegrenzt, praktisch wird sie vom Durchmesser der Sensorspitze bestimmt. Mit den derzeit verfügbaren SNOM konnte bereits beides, optischer Kontrast und Topographie von Oberflächen, in nanoskaliger Auflösung abgebildet werden. Der praktischen Etablierung von NOA/SNOM in der Zellbiologie (zum Beispiel für höchstauflösende Analysen von Zellreaktionen in lebenden Zellkulturen) standen jedoch seit den Anfängen von SNOM zwei Hindernisse im Weg: Dämpfungseffekte im flüssigen Medium, die insbesondere die Sensorempfindlichkeit verminderten, und extrem schwache optische Kontraste an der relevanten Zellmembranoberfläche.

Nun ist es in Ulm gelungen, diese Einschränkungen zu überwinden. Wissenschaftler vom Zentralinstitut für Biomedizinische Technik, ZBMT, der Universität Ulm, entwickelten optische Sensoren, die durch eine hydrophobe Beschichtung mit einem biokompatiblen Polymer die Dämpfungsverluste bei Untersuchungen in wässriger Umgebung effektiv kompensieren können. Außerdem verstärkten sie den optischen Kontrast in zellbiologischen NOA-Operationen. Dazu säten sie lebende menschliche Endothelzellen auf hochgradig ebenen Titanscheiben (Spiegel) aus und rasterten sie mit den hydrophob beschichteten optischen Biosensoren. So konnte erstmalig eine lebende Zelle unbeeinträchtigt, ohne kontrastverstärkende Labeling-Substanzen im SNOM dargestellt werden. MB

in Martinsried ein Vordringen in die Nanowelt. Die Wissenschaftler kombinierten die Abtastnadel eines Rastersondenmikroskops mit den Infrarotstrahlen von Lasern. Die Nadel wirkt für das eingestrahlte Infrarotlicht wie eine Antenne, die das Licht an ihrer Spitze stark bündelt. Die Resonanz der Schwingungen zeigt sich im reflektierten Infrarotlicht, das von einem Detektor aufgefangen wird. Trifft der Laserstrahl die Frequenz der Kristallschwingung, wird die Lichtkonzentration extrem verstärkt. Die neu entwickelte Nahfeldtechnik, gleichsam eine „Nano-Lupe“, bündelt das Licht 300 mal schärfer als die beste Fokussierlinse. Diese gesteigerte Lichtintensität ermöglicht nun, in Kristallen kleinste Veränderungen bei einer Auflösung von nur einem Hunderttausendstel Millimeter sichtbar zu machen. Zum Vergleich: Ein herkömmliches Lichtmikroskop kann Strukturen bis zu einem Tausendstel Millimeter sichtbar machen.

Die Wissenschaftler beleuchteten einen Siliziumkarbid-Kristall mit Infrarotlicht mit einer Wellenlänge zwischen acht und zwölf Mikrometer und betrachteten ihn dabei in ihrem „Nahfeldmikroskop“ (Abbildung 2). Sie berechneten, dass die entscheidende Wellenlänge

TERMINE

30.10 - 2.11.2002

new energy husum

Energiemesse in Husum
Tel. 04841 902104;
www.new-energy-husum.de

07.11.2002

Qualitätsmanagement mit SAP Schwerpunkt „Prozessintegration“

Infotag der Idos Softwaresysteme GmbH im
Fiducia Schulungszentrum in Karlsruhe
Tel. 0721 962250; www.idos.de

11 - 15.11.2002

Kapillar-Gaschromatographie

Fortgeschrittenenkurs der GDCh an der
Universität Leipzig
Tel. 069 7917364; www.gdch.de

12 - 15.11.2002

9. MTQ

Fachmesse für Materialprüfung, Mess-
technik und Qualitätsmanagement in der
Westfalenhalle Dortmund
www.schall-messen.de

20 - 21.11.2002

Wägen und Pipettieren in der pharmazeutischen Industrie

Anwenderworkshop von Mettler Toledo
in Gießen
Tel. 0641 507404; www.mt.com

02. - 06.12.2002

Technische Chemie II Chemische Reaktionstechnik

Weiterbildungskurs der Dechema
in Frankfurt am Main
Tel. 069 7564253; www.dechema.de

10. - 11.12.2002

21 CFR Part 11 sicher umsetzen

Intensivseminar des PTI (Pharmaceutical
Training Institute) in Wiesbaden
Tel. 06196 585131; www.pti-aktuell.de

13.12.2002

Dokumentation in der Lichtmikroskopie

Seminar der Olympus Akademie in Hamburg
Tel. 040 23773160;
www.olympus-akademie.de

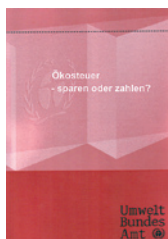
Neue Broschüren und CDs



APPLIKATIONSHANDBUCH Der Anwender erhält mit diesem Handbuch zur Thermischen Analyse von Polymerer von **Rheometric Scientific** Lösungsansätze mittels moderner Thermoanalysemethoden in den Bereichen Kunststoffe und Elastomere Farbe und Lacke sowie den Endprodukten der Verpackungs-, Medizin-, Automobil- oder Luftfahrtindustrie aufgezeigt und den vielfältigen Einsatz der Thermoanalyse praxisnah dargestellt. Tel.: 0231 5895806; www.rheosci.com

IK-LEITFADEN Für die Erstellung von Konformitätserklärungen gegenüber Kunden in der abpackenden Wirtschaft nach der europäischen Richtlinie für Verpackungen und Verpackungsabfälle 94/62/EC und deren Präzisierung durch die CEN, die europäische Normenorganisation, hat der IK (**Industrieverband Kunststoffverpackungen e.V.**) einen praxisorientierten Leitfaden erarbeitet. Dieser kann zum Preis von 33 Euro angefordert werden. Tel.: 06172 926667; www.ik-verband.de.

JUMO-KATALOG Neu erschienen in deutscher Sprache ist die CD „Produkte und Preise 2002“ der **M.K. Juchheim GmbH & Co** (Jumo). Alle Typen- und Preisblätter sind im PDF-Format enthalten. Auf der CD-Rom befindet sich eine autostartende Oberfläche, von der aus die Kataloge aufgerufen werden können. Es ist keinerlei Installation erforderlich. Tel.: 0661 60030; www.jumo.net.



ÖKOSTEUER – SPAREN ODER ZAHLEN? Die Broschüre vom **Umweltbundesamt** erläutert, warum wir die Ökologische Steuerreform brauchen, wie sie gestaltet ist und wie sie wirkt. Sie steht zunächst als Download im Internet zur Verfügung und wird in Kürze auch als Druckfassung kostenlos erhältlich sein. FAX: 030 89032912; www.umweltbundesamt.de.



STEINER – DER KATALOG Als unabhängiger Laborfachhändler bietet die **Steiner GmbH** ein umfangreiches Lieferprogramm: Von der Standardchemikalie für die umweltschonende Oberflächenbehandlung bis hin zur Laborplanung und -komplettausstattung. Auf fast 200 Seiten finden Einkäufer und Anwender mehr als 50 000 Artikel detailliert dargestellt. Tel.: 0271 382035; www.steiner-chemie.de.



THE RIGHT CHOICE Die 16seitige Broschüre hebt die hohe Leistungsfähigkeit, Zuverlässigkeit, Geschwindigkeit und Sensitivität der **Agilent** Module und Systeme der Serie 1100 für die Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) hervor. Sie liefert einen Überblick über das gesamte HPLC-Programm sowie eine Beschreibung aller Module und kompletten Systeme. Tel.: 07243602477; www.agilent.com.



Preiswerte Mikroskope

Olympus präsentiert mit den CKX-Modellen eine neue Serie preiswerter und qualitativ hochwertiger inverser Mikroskope für die Routineuntersuchung von Zellkulturen. Mit den Stativen CKX31 und CKX41 komplettiert Olympus das Spektrum inverser Mikroskope unter Einbeziehung der optischen Komponenten aus der unendlich korrigierten UISOptik Serie. Eine umfassende Kompatibilität von Systemkomponenten zur neuen IX2-Serie bietet zusätzliche Optionen für die optimale Anpassung der Mikroskope der CKX-Serie an die jeweilige Aufgabenstellung. Aufgrund ihres kompakten Designs, hoher Stabilität und ihrer kleinen Standfläche empfehlen sie sich besonders für Anwendungen in Sterilschränken und unter beengten Platzverhältnissen.

Mit der umfangreichen Auswahl der Objektive aus der UIS-Serie bieten sich auch für Routineanwendungen höchste optische Leistungen und interessante Kontrastmethoden. Zu der hohen Bildqualität tragen insbesondere

die neuen PHP-Objektive bei, die speziell für mikroskopische Untersuchungen von Objekten in Gewebekulturgefäßen konstruiert wurden.

Das CKX31 verfügt in seiner integrierten Bauweise über einen festen Binokulartubus und eine Sehfeldzahl von 20 und ist somit für die Routineanwendungen mit Durchlichtkontrastverfahren optimal geeignet. Das modulare CKX41 hat eine Sehfeldzahl von 20, wahlweise von 22, und kann optional mit einem im Neigungswinkel verstellbaren Ergonomietubus ausgestattet werden. Für Applikationen, in denen die Ergebnisse dokumentiert werden, steht am CKX41 ein neuer binokularer Fototubus zur Verfügung, der unter anderem den Einsatz digitaler Kameras ermöglicht.

Als neuen Standard bieten die inversen Mikroskope von Olympus den vorzentrierten Phasenkontrast für 100-, 200- und 400-fache Vergrößerungen. Das Präparat lässt sich mit Hilfe des vollständigen Satzes an Objektiven und einer einzigen gemeinsamen Phasenblende ohne weitere Handhabung des Mikroskops unkompliziert darstellen. Das zeitaufwendige Zentrieren von unterschiedlichen Phasenkontrastblenden entfällt. Für das CKX41 ist als Aufrüstoption ein Epifluoreszenzsystem erhältlich. Darüber hinaus ist für die CKX-Serie in Verbindung mit dem Objekttisch ein Sortiment an Tischeinsatzplatten für Petrischalen, Rollflaschen, Mikrowellplatten und andere Zellkulturgefäße verfügbar.

Olympus Optical Co. (Europa) GmbH
Wendenstr. 14-18; D-20034 Hamburg
Tel 040 237730; Fax 040 230761
www.olympus.de

Farbzahlabstimmung

Mit dem Lico 400 von Lange ist der Anwender vollständig für spektrale Farbmessungen an optisch klaren Flüssigkeiten in der Chemie-, Kosmetik- und Pharmaindustrie gerüstet – überall da, wo die Färbung transparenter Flüssigkeiten über Preis und Brauchbarkeit von Rohmaterialien und Waren entscheidet.

Dank der 24 integrierten Farbskalen ist das Lico 400 universell einsetzbar, ob im Labor oder in der Produktion. Die verbreitetsten Farbskalen sind Hazen (APHA, Pt-Co), Gardner, Jod oder marktspezifische wie zum Beispiel Saybolt, ASTM D 1500 und Klett. Besonders interessant ist die integrierte Farbmessmethode nach der Europäischen Pharmakopöe und jetzt erstmals auch nach USP. Realisierbar ist dies alles in nur einer Küvette, mit einer einzigen Messung und ohne Umstände direkt ablesbar.



Weitere Besonderheiten sind: Die neue Lock-In-Messtechnik mit automatischer Küvettenerkennung für fremdlichtunabhängige Messungen bei offenem Küvetten-schacht. Der Datenspeicher für bis zu 500 Messwerte und das integrierte Diskettenlaufwerk erlauben ein Datenmanagement auch ohne PC direkt am Messplatz. Ein

CLB-Media-daten und Links zu Firmen-seiten:

www.clb.de

externer Barcode-Scanner kann zur schnellen und bequemen Eingabe von Proben-Bezeichnungen angeschlossen werden. Die optional erhältliche PC-Software spectral-QC eröffnet weitere umfangreiche Möglichkeiten der Messwertverarbeitung am PC.

Zertifizierte Prüfmittel zur Qualitätssicherung ermöglichen in Verbindung mit der im LICO 400 integrierten Prüfmittelüberwachung die unabhängige Eigenkontrolle des gesamten Messsystems nach GLP und ISO 9000-Anforderungen. Es stehen zwei zertifizierte Prüfmittel-Systeme zur Verfügung: Ein Präzisions-Glasfilterset für farbmessische Kontrollen oder Addista Color, bestehend aus sechs farbigen Flüssigkeiten (je 3 für Hazen und Gardner).

Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG
Willstätterstraße 11; D-40549 Düsseldorf
Tel 0211 52880; Fax 0211 5288143
www.drlange.de



Probenkennzeichnung

Schott hat ein System zur sicheren Kennzeichnung und zur eindeutigen Identifizierung von Proben entwickelt. Das Duran ident-System besteht aus einem Gefäß aus Borosilicatglas 3.3, einer Schraubkappe mit Originalitätsverschluss, einem integrierten, computerbeschreibbaren Transponder, einem Interface und einem zusätzlichen Handlesegerät sowie einer leicht verständlichen Software zur Installation einer computergestützten Probenverwaltung.

Schott Austria GmbH
Brünner Strasse 73; A - 1210 Wien
Tel 0043 1 290175641
www.schott.com

Wie ein Chameleon

Chameleon ist ein universeller Szintillationszähler für Lumineszenz, Fluoreszenz, Absorption und Radioaktivität, sowie ein kompakter Platten-Reader für 96er und 384er Platten, der alle denkbaren Messtechniken zur Auswertung von Mikroplatten beherrscht.

Je nach Anwendung ist Chameleon ein echter Flüssig-Szintillationszähler für H-3, C-14 und J-125, oder ein Luminometer mit hoher Empfindlichkeit für „glow“- oder „flash“- Messungen, ein Fluorometer für Intensitäts- (FI), Polarisations- (FP) oder „time-resolved“ (TRF)- Messungen beziehungsweise auch ein Absorptionsphotometer für 230 bis 620 nm.

Alle diese Funktionen können nach Kundenwunsch kombiniert oder als Einzelsystem geliefert werden. Eine umfangreiche Auswertungssoftware mit Exportfunktionen wird allen Auswertungsanforderungen gerecht.

Chameleon ist extrem kompakt, denn es ist kaum größer als ein Laptop.

Zinsser Analytic GmbH
Eschborner Landstraße 135
D-60489 Frankfurt
Tel 069 7891060 Fax 069 78910680
www.zinsser-analytic.com

Proteinanalyse

Agilent Technologies Europe hat ein hochintegriertes System aus Flüssigkeitschromatograph und Ionenfallen-Massenspektrometer eingeführt, das eigens für Anwendungen in der Proteomforschung wie die Identifizierung und Charakterisierung von proteolytisch aufgeschlossenen Proteinen optimiert wurde.

Die Nanoflow Proteomics-Lösung arbeitet bei Flussraten im Bereich von Nanolitern pro Minute, die zu einer erhöhten LC/MS/MSEmpfindlichkeit führen, effektiv und zuverlässig. Die Nanoflow Proteomics-Lösung sorgt dank der in der Säule integrierten Umschaltventile für Anreicherungs- und analytische Säulen, die speziell für Durchflussraten im Nanoliterbereich entwickelt wurden, für eine vollautomatische Entsalzung und Anreicherung spezielle auch aus Gelen gewonnener Proben.

Das System zeichnet sich durch eine neue Nanoflow LC-Pumpe aus, die speziell für Nanoliter-Flussraten pro Minute entwickelt wurde. Die Nanoflow-Pumpe ihrerseits ist durch eine aktiv rückgekoppelte Flusskontrolle gekennzeichnet, die im Gegensatz zum passiven Splitting für eine äußerst konstante und exakte Flussregelung sorgt. Ein konstanter LC-Fluss wiederum führt zu einer beständigeren Erzeugung von Ionen und sorgt so für eine höhere Empfindlichkeit der MS-Analyse. Die aktive Rückkopplung gleicht partielle Unregelmäßigkeiten automatisch aus und die Echtzeit-Anzeige von Flussrate und Druck vereinfacht die Fehlersuche erheblich.

Durch den ultrakonstanten Nanoliter LC-Fluss bietet das LC/MSD Trap SL Ionenfallenmassenspektrometer der Serie Agilent 1100 eine Empfindlichkeit im unteren Femtomolbereich.

Agilent Technologies Deutschland GmbH
Hewlett-Packard-Str. 8; D-76337 Waldbronn
Tel 07243 608110; Fax 07243 602602
www.agilent.com

Wasserstoff-Lecksuchgerät

Das handliche Wasserstoff-Lecksuchgerät H2000 von Sensistor Technologies ist speziell für die industrielle Lecksuche und Dichtheitsprüfung konzipiert. Es ist wartungsarm, robust und extrem sensibel gegenüber kleinsten Mengen von Wasserstoffgas. Als Spurengas dient üblicherweise ein kostengünstiges Standardgasgemisch aus fünf Prozent Wasserstoff und 95 Prozent Stickstoff, das umweltfreundlich, ungiftig, völlig unbrennbar und nicht korrosiv ist.

Mars-Mission mit Mikrowellen

CEM als Marktführer in der Mikrowellen-Analysentechnik trägt mit seiner „Mars-Mission“ der steigenden Nachfrage nach Laborsystemen zur Durchführung von Mikrowellenaufschlüssen Rechnung. Im Mars 5 Plus erfolgt die Steuerung der Reaktionsparameter Druck und Temperatur in allen Behältern. Außerdem werden die Innentemperaturen sämtlicher Behälter auf dem Computerbildschirm visuell dargestellt. Die neuartige Sensortechnik kontrolliert direkt die Reaktionskinetik der Aufschlussreaktionen und regelt daraufhin die optimale Mikrowelleneinwirkung. Die Programmierung des Mars 5 Plus erfolgt graphisch per Mausklick. Mit diesen Weiterentwicklungen werden dem Anwender eine Vielzahl von Anwendungsmöglichkeiten ermöglicht. So sind zum Beispiel einmalig hohe Probeneinwaagen im Grammaßstab erreichbar.

Eine deutschsprachige Software rundet die neue Entwicklung ab und erleichtert dem Benutzer das Arbeiten mit dem Mars 5.

CEM GmbH
Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9
D-47475 Kamp-Lintfort
Tel 02842 96440; Fax 02842 964411
www.cem.de



Die besonderen Vorzüge der Wasserstoff-Methode – sie ist genau, schnell und kostengünstig – ergeben sich aus den physikalischen Eigenschaften des Spurengases: Wasserstoff ist die leichteste Substanz überhaupt, hat die höchste Molekülgeschwindigkeit und die geringste Viskosität aller Gase. Er lässt sich darum problemlos in ein Prüfobjekt einbringen, verteilt sich darin schnell und gleichmäßig, tritt auch aus kleinsten Leckagen aus und lässt sich nach der Prüfung leicht wieder auslüften. Aufwendige Messungen im Vakuum sind mit Wasserstoff (anders als zum Beispiel mit Helium) unnötig.

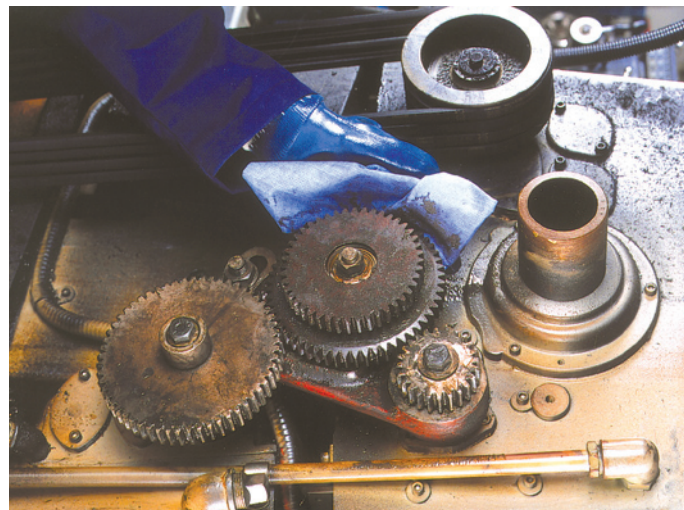
Wirtschaftliche Wischtücher

Das Wypall X Wischtuchsortiment von Kimberly-Clark Professional bietet Produkte für alle anspruchsvollen Reinigungsarbeiten. Wypall X80 Wischtücher sind für alle schwierigen industriellen Reinigungsaufgaben geeignet, wie zum Beispiel schmutzige und schmierige Oberflächen, die Maschinenreinigung oder die Oberflächenbehandlung mit Lösungsmitteln. Sie sind voluminös und extrem haltbar und können häufig wieder verwendet werden. Wypall X70 Wischtücher sind leistungsstarke und sofort aufsaugende Wischtücher für schnelles Aufnehmen von Flüssigkeiten und anspruchsvolle Reinigungsarbeiten. Wypall X60 Wischtücher sind die wirtschaftliche Alternative für alle leichten Reinigungs- und Po-

lierarbeiten, sie können auch mit Verdünnern und Lösungsmitteln eingesetzt werden.

Kimberly-Clark Professional
Carl-Spaeter-Str. 17; D-56070 Koblenz
Tel 0261 97270; Fax 0261 9227120
www.kcprofessional.com

Sensistor Technologies GmbH
Friedenstr. 116-118
D-63165 Mühlheim am Main
Tel 06108 796633; Fax 06108 796655
www.sensistor-technologies.de



Ex- und Sauerstoffwarnung mit Pac Ex 2

Das neue Gasmess- und -warngerät Pac Ex 2 der Dräger Safety (Lübeck) ist in zwei Versionen erhältlich: als reines Ex-Messgerät und als Kombinationsgerät für die Ex- und Sauerstoffmessung. Eine Aufrüstung des Ex-Messgerätes zum Kombinationsgerät erfolgt durch einfaches Einstecken eines Sauerstoffsensors. Möglich machen dies die Plug-and-Play-Funktion des Sauerstoffsensors und ein Wechsel der Sensorkappe. Die intelligente Smart-Technologie sorgt dafür, dass der zusätzliche Sensor vom Gerät erkannt wird.

Das Gerät überwacht während des Einsatzes die Konzentration der explosionsfähigen Gase oder Dämpfe und des Sauerstoffs kontinuierlich und unabhängig

brennbare Gase und Dämpfe. Für die Sauerstoffmessung kann der Gerätenutzer unter drei verschiedenen elektrochemischen Sensoren wählen, entsprechend seinen Wünschen nach Gewährleistungszeit und Lebensdauer.

Das 250 Gramm leichte, kompakte und im Taschenformat konzipierte Pac Ex 2 findet Einsatz zum Beispiel bei Feuerwehren, in der Chemischen Industrie, in der Erdölindustrie, bei kommunalen Ver- und Entsorgern, im Bergbau, bei Telekommunikationsbetrieben und in der Schifffahrt. Die Anwendungsbereiche sind vielfältig:

Alarmierung von Mitarbeitern bei plötzlichen Gasausbrüchen, Freigabe von Arbeitsplätzen nach der Prüfung auf Gasfreiheit, Schutz von Mitarbeitern beim Arbeiten in Bereichen, in denen ständig niedrige Gaskonzentrationen vorhanden sind, Sicherheitsmessungen vor dem Einsteigen in enge Räume, Schächte, Tankanlagen usw., Schutz betriebsfremder Personen bei der Besichtigung von Anlagen, Gefahrenabschätzung bzw. -eingrenzung bei unübersichtlichen Einsatzlagen bei Feuerwehren und Zivil- und Katastrophenschutz. Eine Drei-Tasten-Bedienung ermöglicht die Anpassung des Gerätes an die jeweilige Messanforderung.

Dräger Safety AG & Co. KGaA
Revalstraße 1; D-23560 Lübeck
Tel 0451 8820; Fax 0451 8822080
www.draeger-safety.de

voneinander. Bei Überschreiten der einstellbaren Alarmschwellen erfolgt zusammen mit einem Vibrationsalarm eine akustische und optische Warnung. Außerdem findet eine Speicherung der Daten statt. Der wiederaufladbare NiMHy-Akku kann separat geladen und einfach ausgetauscht werden, als Energiequelle kann auch ein Alkali-Batterie-Pack verwendet werden.

Die Ex-Messung erledigt ein besonders stoßrobuster katalytischer Ex-Sensor. Er nutzt die Prinzipien der Wärmetönung und Wärmeleitung und reagiert auf vorhandene

PCR-Gefäßstreifen-Rotor für Tischzentrifugen

Das wachsende Anwender-Interesse an neuen Applikationen im Life Science Bereich fordert die Bereitstellung hochwertiger Zubehörteile für unterschiedlichste Laborgeräte. Die Eppendorf Tischzentrifugen 5804 und 5810 (optional gekühlt: 5804 R und 5810 R) bieten durch ein flexibles Rotoren-Programm breite Anwendermöglichkeiten.

Der neue PCR-Gefäßstreifen-Rotor F-45-48-PCR komplettiert dieses Programm. PCR-Applikationen verlangen zunehmend die Zentrifugation von 8er und 5er Gefäßstreifen vor und/oder nach der Reaktion. Dies gilt insbesondere für das Arbeiten mit exakten Probenvolumina oder für das Sammeln von Kondensations Spuren am Ende des PCR-Experiments. Eppendorf bietet jetzt für solche Applikationen den bereits in den Mikrozentrifugen 5417 C und 5417 R erfolgreich eingesetzten Rotor F-45-48-PCR nun auch in einer Version für die Tischzentrifugen 5804/R und 5810/R an. Mit einer Kapazität von bis zu sechs 8er Streifen, sechs 5er Streifen bzw. max 48 x 0,2 ml PCR-Gefäßen wird eine Geschwindigkeit von 12000 1/min (15390 x g) erreicht, die eine schnelle und leichte Verarbeitung von PCR-Proben ermöglicht.



Eppendorf Vertrieb Deutschland GmbH
Peter-Henlein-Straße 2
D-50389 Wesseling-Berzdorf
Tel 02232 4180; Fax 02232 418155
www.eppendorf.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. 061 51/88 06-0
Fax 061 51/89 66 67
www.LOT-Oriel.com



DICHTUNGSSCHEIBEN AUS GUMMI MIT AUFVULKANISIERTER PTFE-FOLIE

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

DOSIERPUMPEN

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

FTIR-SPEKTROMETER-ZUBEHÖR

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



GEFRIERTROCKNER

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

GEFRIERTROCKNUNGSANLAGEN



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



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

HOHLKATHODENLAMPEN

LOT
Tel. 061 51/88 06-0
Fax 061 51/89 66 67
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!

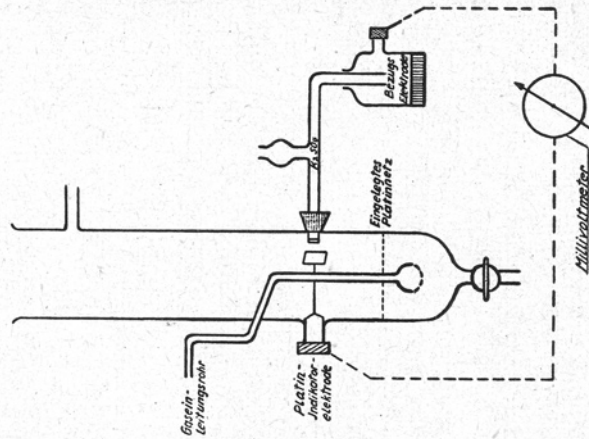
standene Kohlensäure wird durch den ständig durchperlenden Sauerstoffstrom in 1 bis 2 Minuten ausgewaschen, stört also nicht.

Die Titration der Schwefelsäure kann man in altgewohnter Weise so durchführen, daß man der Lösung zwei bis drei Tropfen *Tashiro*-Indikator³⁾ zusetzt und dann mit Natronlauge bis zum Farbumschlag titriert. Den Titer der Lauge stellt man am besten gegen einen Normalstahl⁴⁾ oder eine beliebige Substanz, deren Schwefelgehalt feststeht, und zwar in gleicher Weise, wie es eben beschrieben wurde. Natürlich muß man immer berücksichtigen, daß die Absorptionslösung durch den Zusatz von Wasserstoff-superoxyd schon an sich etwas sauer ist. Dieser Blindwert wird gesondert zurücktitriert und bei der Berechnung von der insgesamt verbrauchten Lauge abgezogen.

Bei sehr kleinen Schwefelgehalten ist der Umschlagspunkt auf diese Weise schlecht zu fassen. Aber auch bei großen Mengen arbeitet man eleganter und zuverlässiger potentiometrisch.

Dazu trägt das Absorptionsgefäß, wie bei der Mikrobestimmung des Kohlenstoffs, eine Indikator-elektrode aus Platin, die von Sauerstoff umspült wird (siehe Abb.), also als Sauerstoffelektrode arbeitet.

Das Bezugselement baut man günstig aus einer 2n-Na-acetat-elektrode⁵⁾ auf, deren Potential so liegt, daß am Neutralpunkt zwischen der beiden Halbelementen: Analysenlösung/Platin und 2n-Na-acetatlösung/Quecksilber gerade die



³⁾ Tashiro Indikator: 100 ml einer 0,03prozentigen alkoholischen Lösung von Methylrot werden mit 15 ml einer 0,1prozentigen wäßrigen Lösung von Methylenblau gemischt.

⁴⁾ Normalstähle sind zu beziehen durch: Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf; Staatl. Material-Prüf-Anstalt, Dortmund und Berlin-Dahlem.

⁵⁾ Die 2n-Na-acetat-Elektrode wird so hergestellt, daß man in einem käuflichen Elektrodengefäß den Boden 1 cm hoch mit Quecksilber bedeckt. Darüber schichtet man $\frac{1}{2}$ cm hoch festes, zuvor mit Quecksilber verriebenes Mercuracetat und füllt mit 2n-Natriumacetatlösung auf. Die 1n-Kalomelektrode wird entsprechend hergestellt, doch verreibt man für diese Kalomet mit Quecksilber und füllt mit 1n-Kaliumchlorid auf.

Potentialdifferenz Null herrscht, ein zwischengeschaltetes Galvanometer (Temperaturmeßgerät, innerer Widerstand ca. 1000 Ohm), also keinen Ausschlag mehr zeigt. Da das Potential der Platin-Umschlagselektrode von ihrem Lösungsdruck gegenüber der Lösung abhängt und dieser mit der Acidität, d. h. mit der Wasserstoffionenkonzentration steigt, schlägt das Galvanometer aus, sobald durch Reaktion zwischen Wasserstoffsuperoxyd und dem zuströmenden Schwefeldioxyd im Absorptionsgefäß Schwefelsäure gebildet wird. Ihre Menge wird dann in der Weise bestimmt, daß man durch Zugabe von Lauge wieder auf die Potentialdifferenz Null zurücktitriert. Auch hier muß man natürlich den Wasserstoffsuperoxyd-Blindwert berücksichtigen.

Die potentiometrische Methode hat gegenüber dem Farbstoff-Indikator außer der größeren „Empfindlichkeit“ und Genauigkeit auch noch einen anderen Vorteil, der irrtümlich oft als ein „Fehler“ angesehen wird. Beobachtet man nämlich das Potential einer frisch eingefüllten Absorptionslösung, so kann man erleben, daß es nicht konstant bleibt, d. h. daß die Lösung sich „von selbst“ ändert. Das geschieht genau so beim Farbstoff-Indikator, bleibt aber dort unbemerkt und führt zu schwankenden Analysenwerten. Der „Fehler“ der potentiometrischen Anzeige ist also in Wirklichkeit ein Vorteil, weil er ein Alarmzeichen ist. Ursache für die Veränderungen in der Absorptionslösung sind kolloidale Verunreinigungen, die meist aus Kieselsäure bestehen, aber auch durch die Verbrennungsgase oder die Lauge in schon autitrierte Lösungen hineinkommen können. Deshalb soll man jede Bestimmung mit einer frischen Absorptionstionlösung durchführen. Treten trotzdem noch Störungen auf, so muß man die Titerstellung der Lauge und die Titration der Schwefelsäure genau nach der Uhr durchführen, so daß der in beiden Fällen praktisch gleiche Fehler sich aufhebt. Wirklich Abhilfe schaffen kann aber nur die elektrolitische Titration, die außerdem den Vorteil hat, daß sie kleinste Mengen genau so sicher erfaßt wie große. Darüber wird noch gesondert berichtet werden.

Die geschilderte maßanalytisch-potentiometrische Bestimmung dauert in der Serie noch keine fünf Minuten. Mit etwas Erfahrung lassen sich mit ihr 0,1 mg Schwefel mit einem Fehler von $\pm 0,005$ mg bestimmen. Bei elektrolitischer Titration kann man sogar 0,02 mg mit einer mittleren Schwankung von $\pm 0,002$ mg erfassen. Zu beachten ist, daß gleichzeitig vorhandenes Fluor stört.

CLB

FAX-Hotline: 06223-9707-41

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

Abo-Bestellcoupon

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

Datum / 1. Unterschrift

Name / Vorname

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

Straße / Postfach

Land / PLZ / Ort

Datum / 2. Unterschrift

Telefon oder e-Mail



CLB
vermittelt
Wissen
konzentriert
Monat für Monat
aus Analytik, Biochemie
und anderen Bereichen moderner Chemie
als abonentenstärkste Chemiezeitschrift Deutschlands*.

www.clb.de

*von iwv-registrierten Zeitschriften
laut iwv-Auflagenliste 1/2002 in der Kategorie
Fachzeitschriften: Wissenschaftliche Zeitschriften (09),
außer Mitgliedszeitschriften wissenschaftlicher Gesellschaften