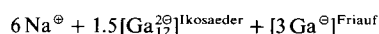


und M1', die stets nur sechs Ga-Nachbarn haben. Eine Unterscheidung zwischen Na-Ga- und Mg-Ga-Kontakten ist aber hiernach nicht möglich. Fordert man jedoch, daß der Ladungsausgleich zwischen Ga-Polyanionen und den Kationen (Na^+ , Mg^{2+}) jeweils lokal erreicht wird, wie man es z. B. in Zintl-Phasen findet, so können nicht mehr alle Positionen von Mg besetzt werden. Zur Analyse der Elektronenbilanz mit Hilfe des Zintl-Klemm-Konzeptes^[11] wird das Ikosaeder als *closo*-Polyeder nach Wade^[12] behandelt. Es wird in erster Koordinationssphäre durch vier Metallatome koordiniert, die ihm jeweils zur Hälfte zur Verfügung stehen ($\text{M}_{4/2}\text{Ga}_{12}^{20}$). Nur für $\text{M} = \text{Na}$ ist der lokale Ladungsausgleich gewährleistet. Das X_{12} -Grundgerüst des Friauf-Polyeders kann klassisch mit Hilfe von Zweielektronen-Zweizentren-Bindungen verstanden werden^[10]. Da es aber mit drei Ikosaedern kondensiert ist, verbleiben pro Formeleinheit für das Friauf-Polyeder nur je drei (vierbindige) Ga-Atome, die nicht an Ikosaedern beteiligt sind. Danach ergibt sich folgende Elektronenbilanz für das Grundgerüst:



Die für das Grundgerüst notwendigen Ladungen werden bereits von sechs der insgesamt 15 Metallpositionen geliefert, und zwar schon dann, wenn diese nur mit Na besetzt sind. Eine variable Ladung der restlichen (Na oder Mg) kann lokal nur durch die Bindungsordnung von GaI (GaI', GaI'') kompensiert werden.

Im Zentrum der großen Röhre liegt in direkter Nachbarschaft zu GaI eine ebenfalls aufgespaltene Metallposition M1 (Na, Mg). Je nach Besetzung mit Na oder Mg erhalten GaI, GaI' und GaI'' unterschiedliche Ladungsüberträge, zu denen die verschiedenen Bindungszustände gehören. GaI kann folgerichtig als 7e-, 6e- und 5e-Spezies nach (1b)Ga⁴⁺, (2b)Ga³⁺ und (3b)Ga²⁺ formuliert werden. Die beobachteten Auslenkungen mit Bildung der Überstruk-

tur(en) geben gerade die Positionen an, die die unterschiedlichen Bindungszustände repräsentieren.

Der Existenzbereich von $\text{Na}_x\text{Mg}_{5-x}\text{Ga}_9$ im Phasensystem schließt die Zusammensetzungen mit $2 \leq x \leq 3$ ein, die sich aus dieser strukturellen Analyse ergeben. $\text{Na}_x\text{Mg}_{5-x}\text{Ga}_9$ hat typische Eigenschaften (silbermetallischer Glanz, elektrische Leitfähigkeit) und typische strukturelle Baueinheiten intermetallischer Phasen. Trotzdem können die Bindungsverhältnisse mit klassischen Valenzvorstellungen und dem Zintl-Klemm-Konzept^[11] verstanden werden. Dieser Befund wird durch experimentelle und quantenmechanische Untersuchungen verwandter ternärer Aluminide gestützt^[10].

Eingegangen am 13. September 1988 [Z 2964]

- [1] E. Zintl, J. Goubeau, W. Dullenkopf, *Z. Phys. Chem. A* 154 (1931) 1; E. Zintl, A. Harder, *ibid.* A 154 (1931) 47; E. Zintl, W. Dullenkopf, *ibid.* B 16 (1932) 183; E. Zintl, H. Kaiser, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 211 (1933) 113.
- [2] U. Frank-Cordier, G. Cordier, H. Schäfer, *Z. Naturforsch. B* 37 (1982) 119; G. Bruzzone, *Acta Crystallogr. Sect. B* 25 (1969) 1206.
- [3] Sh. R. Zhakupov, *Russ. J. Phys. Chem.* 54 (1980) 584.
- [4] U. Frank-Cordier, G. Cordier, H. Schäfer, *Z. Naturforsch. B* 37 (1982) 127; R. G. Ling, C. Belin, *Acta Crystallogr. Sect. B* 38 (1982) 1101.
- [5] K. Schubert, K. Frank, R. Gohle, A. Maldonado, H. G. Meissner, A. Raman, W. Rossteutscher, *Naturwissenschaften* 50 (1963) 41.
- [6] K. Frank, K. Schubert, *J. Less-Common Met.* 20 (1970) 215.
- [7] K. Schubert, F. Gauzzi, K. Frank, *Z. Metallkd.* 54 (1963) 422.
- [8] G. S. Smith, K. F. Mucker, Q. Johnson, D. H. Wood, *Acta Crystallogr. Sect. B* 25 (1969) 549.
- [9] B. Predel, D. W. Stein, *J. Less-Common Met.* 18 (1969) 203; G. S. Smith, Q. Johnson, D. H. Wood, *Acta Crystallogr. Sect. B* 25 (1969) 554.
- [10] R. Nesper, *Habilitationsschrift*, Universität Stuttgart 1988.
- [11] W. Klemm, *Proc. Chem. Soc. (London)* 1959, 329; W. Klemm: *Festkörperprobleme*. Vieweg, Braunschweig 1963; E. Mooser, W. B. Pearson, *Phys. Rev.* 101 (1956) 1608.
- [12] K. Wade, *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* 18 (1976) 1, 67.
- [13] G. M. Sheldrick, E. Egert: *SHELXS Programs for Crystal Structure Solution*, Universität Göttingen 1984; G. M. Sheldrick, *SHELX-76 Programs for Crystal Structure Determination*, University of Cambridge 1976.
- [14] C. K. Johnson, *ORTEP II, Thermal Ellipsoid Plot Program*, Oak Ridge, TN, USA 1976.

BUCHBESPRECHUNGEN

Buchbesprechungen werden auf Einladung der Redaktion geschrieben. Vorschläge für zu besprechende Bücher und für Rezensenten sind willkommen. Verlage sollten Buchankündigungen oder (besser) Bücher an folgende Adresse senden: Redaktion Angewandte Chemie, Postfach 10 11 61, D-6940 Weinheim, Bundesrepublik Deutschland. Die Redaktion behält sich bei der Besprechung von Büchern, die unverlangt zur Rezension eingehen, eine Auswahl vor. Nicht rezensierte Bücher werden nicht zurückgesandt.

Houben-Weyl. Methoden der Organischen Chemie. Band E20, Teil 1-3: Makromolekulare Stoffe. Herausgegeben von H. Bartl und J. Falbe. Thieme, Stuttgart 1987. Teil 1: LXXVIII, S. 1-688, geb., ISBN 3-13-219004-7; Teil 2: XXX, S. 689-1794, geb., ISBN 3-13-219004-7; Teil 3: XXI, S. 1795-2958, geb., ISBN 3-13-219004-7; Preis für Teil 1-3: DM 3400.00 (Subskriptions- und Vorbestellpreis: DM 3060.00)

Der „Houben-Weyl“ dürfte im deutschsprachigen Raum als Standardwerk in kaum einer chemischen Bibliothek fehlen. Es ist ein Nachschlagewerk, mit dem man als Student bereits vertraut ist und auf das man zurückgreift, wann immer neue Bereiche erschlossen werden müssen.

Es ist sicher bemerkenswert, daß bereits vor einem Vierteljahrhundert unter dem Titel „Methoden der organischen

Chemie“ auch „Makromolekulare Stoffe“ in zwei Bänden abgehandelt wurden. Die letzten zwanzig Jahre haben weitreichende Änderungen im Polymerbereich gebracht, so daß eine Neufassung dieses Standardwerkes dringend geboten war. Die Breite der Gebiete macht eine Bearbeitung durch ein kleines Autorenteam oder gar einen einzelnen unmöglich. Man kann den Herausgebern bescheinigen, daß sie viele namhafte Wissenschaftler für die Bearbeitung der Teilgebiete gewinnen konnten. Die Sprachregelung ist weitgehend einheitlich, was bei der Zahl von 86 (!) Autoren auf eine intensive redaktionelle Bearbeitung schließen läßt. Nomenklaturregeln sind in einem vernünftigen Ausmaß berücksichtigt; dies ist für die Lesbarkeit förderlich.

Teilband 1 ist vollständig den Herstellungsmethoden gewidmet. Eine allgemeine Einführung erleichtert dem mit Polymeren weniger vertrauten Chemiker den Einstieg in die Problematik. Etwa 140 Seiten behandeln die verschiedenen Methoden der Initiierung der Polymerisation von Monomeren mit CC-Mehrfachbindung. Daß auch auf diesem Gebiet noch vieles im Fluß ist, zeigt sich daran, daß in einigen Artikeln mehr als 50% der Zitate aus den letzten zehn Jahren stammen. Der Anteil an neueren Zitaten vermittelt im Gesamtwerk einen guten Überblick über Schwerpunkte der aktuellen Forschung.

Die Beschreibung der radikalischen Initiierung nimmt den breitesten Raum ein. Bei der Polymerisationsauslösung durch CC-Spaltung, durch Azoinitiatoren, Peroxide, Diacylperoxide sowie Percarbonate werden neue Daten berücksichtigt, und insbesondere werden Hinweise auf technisch relevante Systeme gegeben. Neben den klassischen Initiatoren werden Systeme wie Metall(0)-Verbindungen/Alkylhalogenide oder die elektrochemische Initiierung dokumentiert. Der in der Literatur bei bestimmten radikalischen Polymerisationen mißbrauchte Ausdruck „lebende Polymerisation“ wird zwar als nicht zutreffend bezeichnet, jedoch hätte man konsequenterweise den Abschnitt „Lebende freie Radikale“ mit „Langlebige Radikale“ benennen sollen. Polymerisationsauslösung durch energiereiche und hochintensive Strahlung ist heute besonders in der Chip- und Leiterplattenherstellung von Bedeutung. Diese „Laser-Polymerchemie“ wird erfreulich ausführlich beschrieben.

Kationische Polymerisation und lebende Polymerisation erschienen bislang als Kontradiktion. Dies hat sich geändert. Bei der Beschreibung des Standes der anionischen Polymerisation stehen Befunde über die Beeinflussung der Mikrostruktur von Polydienen, die Funktionalisierung und die Beeinflussung von Copolymerisationsparametern im Vordergrund. Bei der Besprechung der Initiierung der Koordinationspolymerisation nach *Ziegler* und *Natta* wird der aktuelle Kenntnisstand resümiert, insbesondere wird auf die technisch relevanten Trägerkatalysatoren, auf „linear low density“ Polyethylen und die Beeinflussung der Mikrostruktur bei Polydienen eingegangen. Die Gruppentransfer-Polymerisation ist gerade fünf Jahre alt. Eine Fülle von Ergebnissen charakterisiert die Fortschritte auf diesem Gebiet.

Die Theorie der Copolymerisation wird unter dem Gesichtspunkt der Anwendbarkeit für den präparativ arbeitenden Chemiker diskutiert. Mehr als 200 Seiten sind den Polymerisationsmethoden gewidmet, wobei der Durchführung technischer Polymerisationen besonderes Augenmerk geschenkt wird – so bei der Masse(Substanz-)Polymerisation, der Lösungs-, Emulsions-, Suspensions-, Fällungs- und Gasphasenpolymerisation. Die Emulsionspolymerisation (ca. 100 Seiten) wird theoretisch abgehandelt und über die kolloidchemischen Aspekte der Produkte wie Stabilität

der Emulsion, Koagulation, Filmbildung referiert. Im Abschnitt Suspensionspolymerisation werden die technisch wichtigen Pickering-Dispergatoren ebenso behandelt wie die Synthese von makroporösen Trägern. Die Wirbelschichtverfahren zur Polymerisation von Formaldehyd oder Ethylen sind unter dem Stichwort Gasphasenpolymerisation zu finden. Auch die apparativen Voraussetzungen und die Möglichkeiten der Plasmapolymerisation werden dargestellt. Die Festphasenpolymerisation und die Polymerisation in dünnen Schichten erlauben die Erzeugung geordneter Systeme. Neben der klassischen Diacetylenpolymerisation werden die Polymerisationen in Perowskiten, Einschlußverbindungen und ultradünnen Schichten beschrieben.

Die Synthese von Kohlenstoff-Heteroatom-Polymeren wird in den Kapiteln zur Polymerisation von Monomeren mit CO- oder CN-Mehrfachbindung und zur ringöffnenden Polymerisation behandelt. Die Zahl der zur ringöffnenden Polymerisation eingesetzten Heterocyclen ist in den letzten 25 Jahren stark angewachsen; selbst der radikalischen Polymerisation von Heterocyclen ist ein kurzer Abschnitt gewidmet; kationische und anionische ringöffnende Polymerisation von Heterocyclen sind aber Schwerpunkte dieses Kapitels. Die mechanistischen Aspekte der Polymerisation von Oxacyclen und Lactonen sind klar formuliert. Mehr als 50 Literaturstellen ermöglichen einen guten Einstieg in das Copolymerisationsverhalten cyclischer Ether.

Im Kapitel „Polyaddition“ steht die Polyurethanchemie im Vordergrund. Probleme der Synthese molekular einheitlicher Oligourethane werden eingehend diskutiert. Der von *Otto Bayer* geprägte Begriff der maßgeschneiderten Polyurethanchemie wird am Beispiel der Synthese segmentierter Polyurethanelastomere dargestellt. Weitere Themen sind die Silan/Olefin-Addition und die Anwendung der Diels-Alder-Reaktion. Trotz der enormen Bedeutung der Diisocyanat/Diol-Reaktion ist das Prinzip der Polyaddition noch längst nicht ausgereizt.

Das Kapitel „Polykondensation“ beginnt mit einem recht vollständigen Überblick über die bekannten Aufbaureaktionen, allerdings ohne eine kritische Wertung von Umsatz und möglichen Nebenreaktionen. Die Präpolymerstechnik zum Aufbau insbesondere von vernetzten Polymeren wird entsprechend ihrer praktischen Bedeutung eingehend dargestellt. Auch die Beschreibung geordneter Strukturen in Polykondensaten in Form von segmentierten oder Blockcopolymeren nimmt breiten Raum ein. Der Abschnitt über Struktur-Eigenschafts-Beziehungen ist für den präparativ arbeitenden Chemiker von besonderem Wert. Die Verallgemeinerungen z. B. bezüglich T_g und T_m sollten allerdings nur als Regel mit vielen Ausnahmen betrachtet werden. Die Probleme, Vor- und Nachteile von Schmelz-, Lösungs- und Grenzflächenpolykondensation werden eingehend besprochen.

Bei Reaktionen an Makromolekülen als Syntheseprinzip wird die Bedeutung von Nachbargruppeneffekten auf die gebildete Polymerstruktur meistens unterschätzt. Dieses Kapitel verschafft eine gute Übersicht über diesen Problembereich. Pfropfreaktionen bieten vielfältige Möglichkeiten zur Modifizierung von Polymeren, und industriell werden diese Verfahren in vielen Varianten genutzt. In dem Artikel wird die Wahl des Initiators im Hinblick auf ein vorgegebenes Pfropfsystem genau erläutert.

Das abschließende Kapitel von Teilband 1 beschreibt die Modifizierung durch Kombination von Polymeren. Neben interpenetrierenden Netzwerken bieten Polymerblends Möglichkeiten, Eigenschaften gezielt zu kombinieren. Die Prinzipien zur Herstellung von schlagzähem Poly-

meren und thermoplastischen Elastomeren werden erläutert.

Bei den Teilbänden 2 und 3 steht die Beschreibung der Substanzklassen im Mittelpunkt. Der Polymerisation von Olefinen sind mehr als 100 Seiten gewidmet, und die verschiedenen Polymerisationsmöglichkeiten sind kritisch gewürdigt. Für Homo- und Copolymerisation werden zahlreiche Vorschriften gegeben. Das Spektrum der dicht gedrängten Information reicht von Phasendiagrammen bis zu Sicherheitsproblemen. Die Frage, welche Comonomere zu verwenden sind, um Emulsionen zu stabilisieren oder die Haftfestigkeit von Filmen zu verbessern, wird ebenso beantwortet wie die nach dem praktischen Vorgehen zur Erzielung hoher Stereospezifitäten bei der Propenpolymerisation. Bei der Dienpolymerisation (mehr als 100 Seiten) stehen Probleme der Mikrostruktur im Mittelpunkt, aber auch Regler, Modifizierung durch Copolymerisation und Stabilisierung werden behandelt. Die Metathese läßt sich heute als lebende Polymerisation durchführen. Viele Fragen der Stereochemie sind jedoch noch offen. Der Wissensstand auf diesem Gebiet ist sorgfältig aufbereitet. Im Abschnitt „Styrolpolymerisation“ hat man sich auf Modifizierung durch z. B. Copolymerisation, Pfropfung oder ionische Blockcopolymerisation konzentriert. Es überrascht, daß mehr als 90% der Zitate aus dem Zeitraum seit dem Erscheinen der letzten Auflage stammen. Auch Fluorolefine, Chlorolefine, Vinylether, Vinylester, ungesättigte Aldehyde und Acrylverbindungen werden sorgfältig und sachkundig beschrieben. Polyreaktionen von Monomeren mit Acetylenstruktur sind nicht auf die Darstellung des Polyacetylen beschränkt: Es werden Angaben zur Polymerisation von mehr als 40 Acetylenderivaten gemacht. Auch Diene werden über Polyadditionsreaktionen in eine Vielzahl von Polymeren überführt. Aliphatische und aromatische Polyether sowie aliphatische Polyacetale sind Polymere mit extrem verschiedenen Eigenschaftsprofilen. Hier ist wichtig, daß neben dem Polymerisationsverfahren Eigenschaften der Polymere angegeben und daß auch Daten über technische Produkte beispielhaft angeführt werden.

Polyester in all ihren Varianten werden auf 50 Seiten beschrieben. Neben den klassischen araliphatischen Polyestern werden ungesättigte Polyesterharze, Alkydharze und Polycarbonate eingehend dargestellt. S-haltige aliphatische und aromatische Polymere sind im Folgekapitel dokumentiert. Auch hier ergeben sich grundverschiedene Produkte: durch radikalische Polymerisation aufgebaute alternierende Copolymere aus Olefinen und Schwefeldioxid einerseits, die wegen ihrer niedrigen Ceiling-Temperatur leicht abbauen, und andererseits Hochleistungswerkstoffe wie Polyphenylsulfid und Polyphenylsulfon.

Die umfangreichsten Kapitel aus dem Bereich der Polymere mit N-Atomen in der Hauptkette sind Polyamiden, Polyurethanen und Polyharnstoffen gewidmet. Das Kapitel „Polyamide“ behandelt eine Reihe von Polyheterocyclen, unter anderem Polyimide, Polyamidimide und Polyetherimide, die sich zum Teil mit gleichen Literaturziten in Teilband 3 unter dem Stichwort „Spezielle Polymere“ wiederfinden. Besondere Fortschritte wurden in den letzten 25 Jahren auf dem Gebiet der ionomeren Polyurethane gemacht, und entsprechend werden präparative Aspekte der Einführung ionischer Gruppen diskutiert. Die vielfältigen Möglichkeiten der Molekülarchitektur werden in diesen 150 Seiten über Polyurethane eindrucksvoll vorgeführt. Weitere Kapitel in diesem Teilband sind Polymeren mit P, B, Si und Metallen als Heteroatomen vorbehalten.

In Teilband 3 werden Phenol- und Aminharze besprochen. Die Anpassung des Eigenschaftsprofils der Formaldehydharze an die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten setzt

eine detaillierte Kenntnis der Elementarreaktionen voraus. Sehr hilfreich ist die kurze Synopse der Anwendungsgebiete. Epoxidharze sind über 40 Jahre alt. Neben ihrem bekanntesten Einsatzgebiet, den Hochleistungsverbundwerkstoffen, macht die Breite der beschriebenen Basischemie von Ausgangsmaterialien und Härtern eine Vielzahl von Anwendungsmöglichkeiten, z. B. im Lack- und Beschichtungssektor, offenkundig.

Der enormen praktischen Bedeutung der Herstellung von chemisch modifizierten Polymeren wird das umfangreiche dritte Kapitel (etwa 200 Seiten) des Teilbandes 3 gerecht. Es ist in synthetische Polymere und Polysaccharide untergliedert. Bei synthetischen Polymeren sind dem Zwang zur Auswahl einer Reihe von Reaktionen zum Opfer gefallen: Hydrolyse von Estern und Amidien, Imidisierungs- und allgemein Cyclisierungsreaktionen. Trotzdem bleibt ein umfangreiches Gebiet. Die Umwandlung von Polysacchariden ist eines der ältesten polymerchemischen Verfahren. Das Stichwort „nachwachsende Rohstoffe“ verleiht ihm aktuelle Bedeutung. Nach einer allgemeinen Vermittlung von Struktur-Eigenschafts-Beziehungen in Abhängigkeit von dem komplexen Substitutionsmuster werden einzelne Substanzklassen von Celluloseethern und -estern besprochen. Den Derivaten der Stärke und des Guars sind spezielle Abschnitte gewidmet.

Im nächsten Kapitel kehrt man zur Beschreibung von Polymeren, die durch Aufbaureaktionen gewonnen werden, zurück. Das Kapitel „Spezielle Polymere“ ist sehr heterogen. Polymere mit kondensierten Heterocyclen, Polymerisate aus Keten, Copolymere mit Kohlendioxid als Baustein, flüssigkristalline Polymere, chirale Polymere und anorganische Polymerhauptketten sind die Unterthemen. Der Abschnitt „Kondensierte heterocyclische Ringe“ ist eine gute Zusammenstellung der heute bekannten temperaturbeständigen Polymere. Der Abschnitt „Flüssigkristalline Polymere“ leidet etwas darunter, daß aromatische Polyester und Amide an anderer Stelle abgehandelt werden. Der Abschnitt „Chirale Polymere“ besteht nur aus einer Tabelle. Unter dem Stichwort „Anorganische Polymere“ werden Polyphosphazene, Polyorganosilane, Silicone und aus Metallphthalocyaninen aufgebaute Polymere beschrieben.

Einen breiten Raum nimmt die Beschreibung der Charakterisierungsmethoden ein. Zwar dürfte die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung durch Abbaureaktion heute gegenüber spektroskopischen Methoden an Bedeutung verloren haben, die Analyse von Endgruppen ist aber noch ein Problem, zu dem man in dem Kapitel Rat findet. Im Abschnitt „Physikalische Methoden zur Polymercharakterisierung“ werden knappe Hinweise auf mögliche Schwierigkeiten und weiterführende Literatur gegeben.

Das letzte Kapitel des Werkes beschäftigt sich mit Toxikologie und Umweltverhalten von Polymeren. Es folgt eine Bibliographie (ca. 100 Seiten), in der geordnet nach den einzelnen Kapiteln weitere, vor allem Übersichtsliteratur zusammengestellt ist. Es ist fraglich, ob ein Wissenschaftler, der das Werk seltener benutzt, diese zusätzliche Hilfe findet; sie hätte vielleicht nach der Einleitung oder am Ende der Kapitel plazierte werden sollen.

Wie so häufig ist auch hier das Sachregister problematisch. Zunächst ist man gewohnt, Polystyrol unter Poly... zu suchen. Die Erkenntnis, unter Styrol nachzuschauen, führt bei Polyethersulfon erneut zu Schwierigkeiten, da man unter Sulfon recherchieren muß; Polyetherketone findet man aber weder unter Etherketon noch unter Keton.

Das Werk enthält kaum Druckfehler, und Schriftbild sowie Gestaltung sind ansprechend. Einige Fehler regen eher zum Schmunzeln an: auf S. 188 Schmutzkolloide; im In-

haltsverzeichnis und im Register ist die Smith-Ebert-Theorie für die Emulsionstheorie zuständig, und auf S. LIV ist unter „Plaudereien über große Moleküle“ auch die „Encyclopedia of Polymer Science and Technology“ zitiert.

Die Schwächen sind, gemessen an dem wissenschaftlichen Wert des Werkes, gering. Es ist als aktuelles Nachschlagewerk für alle polymerchemisch arbeitenden Wissenschaftler unentbehrlich und wird rasch in Bibliotheken von Polymer-Instituten zu finden sein. Für Universitäten, in denen die Makromolekulare Chemie nur schwach vertreten ist, dürfte der Preis allerdings eine echte Hürde sein.

Walter Heitz [NB 945]
Fachbereich Physikalische Chemie
der Universität Marburg

Ein- und zweidimensionale NMR-Spektroskopie. Eine Einführung. Von H. Friebolin. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1988. XIX, 317 S., paperback, DM 58.00. – ISBN 3-527-26778-6

Nachdem in den letzten beiden Jahren eine ganze Reihe Bücher über neue NMR-Methoden aus dem angelsächsischen Raum auf den Markt gekommen sind, ist eine Beschreibung dieser immer wichtiger werdenden Verfahren in deutscher Sprache schon lange fällig gewesen. H. Friebolin behandelt in seinem Buch in 14 Kapiteln fast alle für den Organischen Chemiker wichtigen Gebiete der NMR-Spektroskopie (bis auf drei ^{31}P -NMR-Spektren findet man ausschließlich ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektren).

Die ersten sieben Kapitel sind eine für den Anfänger geschriebene Einführung, die auch dem fortgeschrittenen Studenten oder Doktoranden in knapper und präziser Form längst Vergessenes wieder in Erinnerung ruft: die physikalischen Grundlagen der NMR-Spektroskopie, vor allem der Pulsverfahren (33 S.); chemische Verschiebungen von ^1H - und ^{13}C -Kernen in ausgewählten organischen Verbindungen (36 S.); indirekte Spin-Spin-Kopplung, H,H -, C,H - und C,C -Kopplungskonstanten (32 S.); Analyse und Berechnung der häufigsten Spinsysteme höherer Ordnung (16 S.); Doppelresonanzexperimente (12 S.); Zuordnung von ^1H - und ^{13}C -NMR-Signalen mit Hilfe von Inkrementtabellen oder ^{13}C -NMR-Datenbanken (21 S.). Das siebte Kapitel über Relaxation (19 S.) beschreibt Relaxationsmechanismen, Methoden zur Bestimmung von T_1 und T_2 , den Einfluß der chemischen Struktur und leitet zum zweiten Teil des Buches über: den „neuen Verfahren“.

Um in möglichst kurzer und eindrucklicher Weise dem Leser die Brauchbarkeit der neuen Verfahren zu veranschaulichen, wählte der Autor ein Neuraminsäurederivat (mit 13 C-Atomen), dessen ^1H - und ^{13}C -NMR-Signale nur mit Inkrementtabellen nicht zuverlässig zugeordnet werden können. An diesem Beispiel werden eindimensionale NMR-Experimente mit komplexen Pulsfolgen, z. B. DEPT oder INADEQUATE (21 S.) sowie zweidimensionale Verfahren wie die J -aufgelöste NMR-Spektroskopie, Korrelationspektren (H,H-COSY , H,C-COSY , aber auch die entsprechenden Relayed-Varianten) und die zweidimensionale INADEQUATE-Methode (46 S.) erklärt und die entsprechenden Spektren vorgestellt. Dabei wird weder auf die Theorie verzichtet, solange sich die Pulsmethoden mit Vektorbildern beschreiben lassen, noch wird der Leser bei der Auswertung sich selbst überlassen. Die endgültige Zuordnung aller ^1H - und ^{13}C -NMR-chemischen Verschiebungen wird bei den einzelnen Verfahren genau beschrieben

und zusätzlich bei den zweidimensionalen Verfahren meist auch der Aufwand an Meßzeit erwähnt.

Der dritte Teil des Buches beschäftigt sich mit speziellen Methoden und deren Anwendungsmöglichkeiten. Dazu zählt der Autor den Kern-Overhauser-Effekt (11 S.), die dynamische NMR-Spektroskopie mit Grundlagen der Linienformanalyse, Berechnung von Aktivierungsparametern und einer Reihe von Beispielen (28 S.), die Verwendung von (chiralen) Verschiebungsreagentien (10 S.), die Untersuchung von Makromolekülen (7 S.) sowie Anwendungen in der Biochemie (Aufklärung von Reaktionswegen und hochauflösende in-vivo-NMR-Spektroskopie; 11 S.) und in der Medizin (magnetische Resonanz-Tomographie; 7 S.). Das ausführliche Sachregister (8 S.) wird durch ein für das Auffinden von Spektren sehr hilfreiches Substanzregister (3 S.) und ein Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen und Symbole (3 S.) ergänzt.

Die einfache Darstellung dieses umfangreichen Gebietes, der Verzicht auf theoretische Ableitungen und die gute Lesbarkeit kommen sicherlich denjenigen entgegen, die sich erstmals mit der NMR-Spektroskopie befassen wollen. Positiv anzumerken ist auch, daß alle Kapitel des ersten und zweiten Teiles mit einer Zusammenfassung beendet werden. Die Spektren sind übersichtlich und eindeutig beschriftet. Die Literaturzitate am Ende jedes Kapitels sind auf Monographien und einige wichtige, leicht zugängliche und aktuelle Übersichten beschränkt (der Aufsatz von J. Buddrus und H. Bauer^[*] fehlt allerdings).

Druckfehler und inhaltliche Fehler halten sich in Grenzen. Die Größenordnung von τ in der Legende von Abbildung 7-5 ist nicht „einige ms“, sondern Sekunden. Die Anmerkung in der Legende zur Abbildung 9-16 wäre besser unterblieben, da die Erklärung des zusätzlichen Peaks unsicher ist. Bei der Beschreibung des NOE-Experiments mit Dimethylformamid (S. 229) beträgt nicht der Zuwachs 2%, sondern die Abnahme. Bei Verbindung 3 (S. 244 und Substanzregister) handelt es sich nicht um „Furoxan“, sondern um „Benzofuroxan“, und auf S. 256 findet sich „1,1-Dichlormethylen“ anstelle von „1,1-Dichlorethylen“.

Es ist bestimmt nicht leicht, auf nur 317 Seiten diese Stofffülle unterzubringen, und so ist es auch nicht verwunderlich, daß bei den neueren NMR-Verfahren nur eine Auswahl besprochen wird. Wirklich vermißt habe ich die Abbildung eines DEPT-Spektrums nach einem 135° -Abfragepuls oder eines INEPT-Spektrums. Phasensensitive doppelquantengefilterte H,H -Korrelationsspektren oder H,H-COSY - mit Betonung kleiner Kopplungen werden gar nicht, NOESY wird nur kurz erwähnt. Auch wäre bei einer solchen Vielfalt der besprochenen Themen ein kurzes Kapitel über die immer wichtiger werdende Festkörper-CP/MAS-NMR-Spektroskopie angebracht gewesen. Einige theoretische Abschnitte im zweiten und dritten Teil dürften dem nicht vorgebildeten Leser wegen der hohen Informationsdichte Schwierigkeiten bereiten. So ist Abbildung 8-3 mit Angaben überfrachtet und daher unübersichtlich (bis zu fünf Magnetisierungsvektoren, drei Koordinatenachsen, Projektionslinien und Drehrichtungen). Die vom Autor verwendeten Begriffe „Impuls“ und „reversed gated decoupling“ weichen von den angelsächsischen Bezeichnungen „pulse“ und „inverse gated decoupling“ ab. Hier hätte er auf andere gebräuchliche Namen hinweisen sollen.

Aufgrund der reichhaltigen Themenauswahl und der weitgehend gelungenen Darstellung kann man dieses Buch sowohl Chemiestudenten als auch ausgebildeten Chemi-

[*] J. Buddrus, H. Bauer, *Angew. Chem.* 99 (1987) 642; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 625.