

nahme, Probenvorbereitung und Aufschlüsse und die dabei auftretenden Quellen für systematische Fehler wie z. B. Kontamination durch Edelstahlgerätschaften, Verluste durch leicht flüchtige Chromverbindungen und die Schwierigkeiten bei der Differenzierung zwischen Chrom(III)- und Chrom(VI)-Verbindungen beschrieben. Auch sind die Aufschlußmethoden und deren Probleme für anorganische und organische Matrices treffend ausgewählt und werden ausführlich abgehandelt.

Im darauf folgenden umfangreichsten Teil wird auf die klassischen (z. B. Spektralphotometrie, kinetische Methoden, Chemolumineszenz), die atomspektrometrischen (z. B. AAS, ICP-OES, RFA und Massenspektrometrie), die elektrochemischen und die radiochemischen Methoden ausführlich eingegangen. Auch die weniger vertrauten Bestimmungsmethoden wie die Gaschromatographie, die HPLC und die Ionenchromatographie, bei denen Trenn- und Detektionsschritte kombiniert sind, fehlen nicht.

Der letzte Abschnitt befaßt sich mit den spurenanalytischen Trenn- und Anreicherungsmethoden wie Chromatographie, Ionenaustausch, Flüssig-Flüssig-Verteilung (z. B. Chrom(III) als Trifluor(thenoyl)acetonato- oder 8-Hydroxychinolin-Komplex) und der Extraktion von Chrom(VI) in Gegenwart von Aminen oder Oniumverbindungen und Mitfällungsmethoden (z. B. Mitfällung von Chrom(III) und Eisen(III)-hydroxid oder von Chrom(VI) an Bleisulfat). Für jeden Fall werden auch hier genaue Arbeitsvorschriften gegeben.

Das Buch schließt mit einem für die Praxis nützlichen Verzeichnis der Reagentien und Lösungsmittel sowie mit einem ausführlichen Sachverzeichnis. Man kann zusammenfassen, daß die sehr komprimierte Monographie ein wertvoller Ratgeber ist, dessen Anschaffung sich trotz des relativ hohen Preises lohnt, und zwar nicht nur für Analytiker, sondern für jeden, der sich über die spurenanalytischen Probleme des Chroms und seiner Verbindungen in der Geo- und Biosphäre, aber auch in Rohstoffen und bei der Charakterisierung chromhaltiger Werkstoffe bis in den Spurenbereich informieren will.

José A. C. Broekaert [NB 1144]

Fachbereich Chemie
der Universität Dortmund

Modern Pulsed and Continuous-Wave Electron Spin Resonance. Herausgegeben von *L. Kevan* und *M. K. Bowman*, Wiley, Chichester 1990. 435 S., geb. £ 74.35. – ISBN 0-471-50274-X

Die Einführung der Puls/Fourier-Transform(FT)-Technik, der Übergang zu sehr hohen externen Magnetfeldern und die Entwicklung von mehrdimensionalen Verfahren (2D, 3D etc.) haben der NMR-Spektroskopie im letzten Jahrzehnt einen enormen Aufschwung gebracht. Die Elektronenspinresonanz (ESR) ist eine der NMR eng verwandte Technik, und es war von Beginn an klar, daß sie sich ähnlich entwickeln würde. Dies ließ allerdings lange auf sich warten, was insbesondere an Problemen technischer Art lag. Immerhin gaben *Kevan* und *Schwartz* bereits Ende der siebziger Jahre eine erste Monographie zu diesem Thema heraus (Time Domain Electron Spin Resonance, Wiley). In den letzten Jahren sind sowohl auf instrumentellem als auch auf methodischem Gebiet hier sehr große Fortschritte zu verzeichnen. Dies ist nicht zuletzt daran abzulesen, daß seit 1988 ein kommerzielles FT-ESR-Spektrometer auf dem Markt ist. Obwohl mehrere zusammenfassende Artikel auf dem Gebiet erschienen sind, fehlte bisher eine Monographie, die ins-

besondere die Technik und Instrumentation der gepulsten ESR zum Thema hat. Das vorliegende Werk schließt diese Lücke.

Das Buch enthält sechs Kapitel, die Teilbereichen der gepulsten ESR gewidmet sind; drei weitere beschäftigen sich mit neueren CW-ESR-Techniken, in denen die Mikrowelle nicht gepulst wird (CW = continuous wave). Im ersten Kapitel gibt *M. K. Bowman* eine gute Einführung in Elektronenspincho(ESE)- und FT-ESR-Spektroskopie und deren historische Entwicklung. Ähnlichkeiten und Unterschiede zur NMR werden deutlich gemacht und die technischen Probleme diskutiert. Neben der Instrumentation und Datenauswertung werden Anwendungsmöglichkeiten aufgezeigt, die der CW-ESR weitgehend verschlossen sind. Im zweiten Kapitel berichtet *A. Schweiger* über Methodik und Instrumentation der gepulsten ESR, insbesondere über den Kernmodulationseffekt des Elektronenspinchos (ESEEM) im Festkörper. Einer hervorragenden Einführung in die Grundlagen folgt die Vorstellung einer Reihe von speziellen Verfahren, die überwiegend im Labor des Autors zur Vereinfachung der Spektren und zu deren Interpretation entwickelt worden sind. Ein längerer Abschnitt ist wieder der Instrumentation gewidmet, in dem die wichtige Probenkopfentwicklung für die Puls-ESR beschrieben wird. Im fünften Kapitel beleuchtet *L. Kevan* den ESEEM-Effekt von einer anderen Seite. Er geht weniger auf die technischen und instrumentellen Details ein, sondern legt den Schwerpunkt auf die Methoden der Datenanalyse in der Zeit- und Frequenzdomäne und zeigt eine Reihe von neuen chemischen Anwendungsmöglichkeiten auf. Die beiden der ESEEM gewidmeten Kapitel 2 und 5 ergänzen sich also in idealer Weise und zeigen die Bedeutung der Technik zur Messung der Elektron-Kern-Hyperfeinwechselwirkung im Festkörper, was komplementär zum ENDOR-Verfahren (Electron-Nuclear-DOuble-Resonance) ist. Dieser aus dem CW-Bereich wohlbekannten Technik ist das vierte Kapitel des Buches gewidmet, in dem *A. Grupp* und *M. Mehring* eine exzellente Einführung in Puls-ENDOR (Mikro- und Radiowelle gepulst) geben. Neben den „klassischen Techniken“ von *Mims* und *Davies* werden hier auch neuere Pulsschemata vorgestellt, die von den Autoren oder von *Schweiger* und Mitarbeitern entwickelt worden sind. Anwendungen beschränken sich bisher auf Festkörperuntersuchungen. Das dritte Kapitel von *J. Gorcester*, *G. Millhauser* und *J. Freed* ist dem Studium von molekularen Bewegungsvorgängen in kondensierter Phase – insbesondere in Flüssigkeiten – gewidmet, wozu die Puls-ESR ganz besonders gut geeignet erscheint. Die beschriebenen neuen faszinierenden Verfahren der Autoren sind überwiegend zweidimensionale ESE- oder FT-ESR-Techniken, die dem Leser zum Teil aus der NMR bereits geläufig sind (z. B. Spin-Spin-Doppelresonanz, COSY, SECSY, etc.). Neben Theorie und Technik wird auch der zur Realisierung der Experimente notwendigen Instrumentation und der Datenanalyse (in einem Anhang) breiter Raum eingeräumt. Daß auch Puls-ESR bereits im Hochfeld betrieben wird, zeigt das sechste Kapitel von *J. Allgeier* et al., in dem die Autoren ihr W-Band-Spektrometer beschreiben, welches bei einer etwa zehnmal höheren MW-Frequenz arbeitet (95 GHz) als das konventionelle X-Band (ca. 10 GHz). Die offensichtlichen Vorteile des höheren Frequenzbandes bezüglich spektraler Auflösung und Empfindlichkeit müssen allerdings mit einem erheblich höheren experimentellen Aufwand erkauft werden.

Es ist zu begrüßen, daß in dem Buch auch diejenigen modernen CW-ESR-Techniken behandelt werden, die einen Bezug zu den Puls-Verfahren haben: Im siebenten Kapitel berichtet *K. McLauchlan* über die Möglichkeiten zur Detektion transienter Radikale mit CW-ESR. Nach einer sehr guten

Einführung in die Theorie und die experimentelle Methodik werden die chemisch induzierte dynamische Elektronenspin-Polarisation (CIDEP) und deren Einsatz zum Studium von Ratenprozessen in Lösung besprochen und durch Beispiele illustriert. Ya. Lebedev – einer der Pioniere auf dem Gebiet der Hochfeld-ESR – beschreibt im achten Kapitel CW-ESR-Verfahren, die mit Mikrowellenfrequenzen von etwa 100 GHz aufwärts arbeiten. Neben den physikalischen Grundlagen diskutiert er technische Aspekte aller bisher existierenden Hochfeld-Maschinen dieser Art. Breiter Raum wird den chemischen Anwendungsmöglichkeiten gewidmet, insbesondere denjenigen, die der ESR in den konventionellen Frequenzbändern nicht zugänglich sind. In Anbetracht der großen Bedeutung der bildgebenden Techniken in der NMR kann in einem Buch über moderne ESR-Verfahren ein entsprechender Beitrag nicht fehlen. Dieses Gebiet wird im neunten Kapitel von S. und G. Eaton abgedeckt, die einen guten Überblick zum Stand der Technik der bildgebenden ESR geben. Auch hier spielen PulsTechniken eine zunehmend wichtigere Rolle. Anwendungen aus der Strahlen- und Polymerchemie sowie aus dem Bereich biologischer Materialien werden vorgestellt.

Das vorliegende Buch wendet sich an den Leser, der sich insbesondere über Methoden, Techniken, Instrumentation und die nicht immer leichte Datenanalyse der modernen gepulsten und auch stationären ESR informieren möchte. Dabei sollte er bereits solide Vorkenntnisse in der Magnetischen Resonanz und auf dem Gebiet der analogen NMR-Techniken mitbringen. Angesprochen wird hier also eher der Spezialist als der Laie. Als Einführung in das Gebiet der Puls-ESR kann dem Leser der kürzlich erschienene Übersichtsartikel von A. Schweiger^[*] empfohlen werden.

Anwendungsbeispiele dienen den meisten Autoren des Buches nur zur Illustration der Technik und kommen für meinen Geschmack in einigen Kapiteln etwas zu kurz. Das liegt unter anderem auch daran, daß sich bisher kaum anwendungsorientierte Gruppen der gepulsten ESR angenommen haben und daher nur wenige chemisch relevante Systeme untersucht worden sind. Die Methode wird in der Zukunft besonders dort wichtig werden, wo sie Informationen liefern kann, die mit der konventionellen ESR gar nicht oder nur sehr schwer zu erhalten sind. Mit Puls-ESR kann die zeitliche Entwicklung der Spezies (z. B. photo-induzierte Radikale und Triplettzustände) im Bereich von wenigen Nanosekunden bis Millisekunden verfolgt und damit der Mechanismus der Radikalbildung und -umwandlung entschlüsselt werden. Für paramagnetische Spezies mit Lebensdauern größer als einige Mikrosekunden können darüber hinaus wertvolle Informationen zur Elektronenverteilung (über die Hyperfeinkopplungen) durch Puls-ENDOR gewonnen werden. Die zeitaufgelösten ESR-Verfahren ermöglichen ferner die direkte Verfolgung von Ratenprozessen (über Relaxationszeitmessungen) und geben damit Einblicke in die Bewegungsprozesse der untersuchten Moleküle. Einige CW- und Puls-Verfahren liefern komplementäre Informationen, z. B. ENDOR und ESEEM. Dem insbesondere an biochemischen und biologischen Anwendungen der hier behandelten Techniken interessierten Leser kann zusätzlich das kürzlich von A. J. Hoff herausgegebene Buch (Advanced EPR – Applications in Biology and Biochemistry, Elsevier) empfohlen werden.

Die gepulsten ESR-Methoden stehen heute am Anfang einer Entwicklung, die analog zu der enormen qualitativen Verbesserung der NMR-Techniken in den letzten Jahren ver-

laufen könnte. Allerdings bleibt noch abzuwarten, ob die Pulse auch der „ESR den Teufel austreiben“ werden – wie das in der NMR geschehen ist – und damit ein „Goldenes Zeitalter für die ESR“ einläuten. Jedem, der sich ernsthaft mit diesen neuen und hochinteressanten Techniken auseinandersetzen möchte oder sogar für seine eigene Forschung hier Anwendungsmöglichkeiten sieht, sei das vorliegende Buch wärmstens empfohlen. Der sehr hohe Preis – für Werke dieser Art inzwischen eher die Regel als die Ausnahme – wird den potentiellen Käuferkreis jedoch leider einschränken.

Wolfgang Lubitz [NB 1157]
Max-Volmer-Institut für Biophysikalische
und Physikalische Chemie
der Technischen Universität Berlin

Organische Chemie. Von den Grundlagen zur Forschung.

Band II. Von H. R. Christen und F. Vögtle. Salle, Frankfurt/Sauerländer, Aarau 1990, 788 S., geb. DM 168.00. – ISBN 3-7935-5398-1 (Salle)/3-7941-3002-2 (Sauerländer)

„Organische Chemie. Von den Grundlagen zur Forschung“ ist zweifellos ein anspruchsvoller Titel für ein Lehrbuch. Er umfaßt einerseits die Vermittlung von Basiswissen und andererseits auch das Heranführen der Studenten an den aktuellen Wissensstand und zumindest punktuell auch in noch zu erforschendes Neuland. In Band I^[*] haben die Autoren den ersten Teil dieses Programms bereits absolviert und viel Lob (und wenig Tadel) erhalten. Man durfte also dem Erscheinen des Bandes II gespannt entgegensehen. Er ist nun im Handel erhältlich und erfüllt – um es vorwegzunehmen – auch hochgespannte Erwartungen.

Band II enthält zwei Teile, die als „Spezielle Kapitel der Organischen Chemie“ und „Weiterführende Themen der Organischen Chemie“ bezeichnet werden.

Als „Spezielle Kapitel“ werden Heterocyclen, Lipide, Terpene und Steroide, Kohlenhydrate, Proteine und Proteide, synthetische hochmolekulare Stoffe, Farbstoffe, Photochemie und metallorganische Verbindungen abgehandelt. In den meisten dieser Spezialkapitel werden prägnant und umfassend die Grundlagen einschließlich neuerer Entwicklungen dargestellt. Daß in einem Lehrbuch der Organischen Chemie die organischen Verbindungen der Übergangsmetalle nur aus organischer Sicht gestreift werden, ist bei der Fülle des hier vorhandenen Materials klar. Ein Umfang von 44 Seiten für die Chemie der Heterocyclen (einschließlich der Alkaloide) scheint jedoch der Bedeutung dieses Teils der Organischen Chemie nicht ganz angemessen zu sein. Hier müßte ein Lehrbuch des vorliegenden Umfangs breiter angelegte und auch aktuellere Informationen geben.

Die „Weiterführenden Themen“ umfassen das HMO-Modell und die Grenzorbital-Methode, das HSAB-Prinzip und lineare-freie-Enthalpie-Beziehungen, chiroptische Methoden, neuere Synthesemethoden und Reagentien, asymmetrische Synthesen, ausgewählte „exotische“ Moleküle, Chemilumineszenz, Elektronen-Donor-Acceptor-Komplexe, organische Halbleiter, Leiter und Supraleiter, flüssigkristalline Verbindungen, Organische Elektrochemie, Industrielle Organische Chemie, Einstchlußverbindungen, Rezeptor- und Enzymmodelle sowie Biotechnologie. Dieser neu konzipierte Teil des ursprünglichen Standard-Lehrbuchs überstreicht viele wichtige Bereiche der Organischen Chemie. Zum Teil wird nur ein kurzer und angemessener Überblick gegeben,

[*] Angew. Chem. 103 (1991) 223; Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 30 (1991) 265.

[*] Vgl. Angew. Chem. 102 (1990) 458.