

dimensionaler GC, High-speed-GC und eben GC-MS und GC-IR. Der Atomemissionsdetektor wird nicht erwähnt. Die Beschreibung der massenselektiven Detektoren bleibt auf Detektionscharakteristika beschränkt, die Funktionsweise eines Quadrupols oder einer Ionenfalle wird nicht erwähnt. Schließlich sei der praxisorientierte Abschnitt „Performance Tests“ nicht vergessen.

Das 50seitige Kapitel „Sample Handling“ ist in dieser Form selten in Chromatographietexten zu finden, ergänzt aber die vorangegangenen Kapitel gut. Alle gängigen Probensammlungs- und Probenvorbereitungsmethoden – mit Ausnahme der zur Zeit intensiv erforschten Mikrowellentechnik – werden übersichtlich beschrieben. Im letzten Kapitel werden schließlich acht Analysenbeispiele mit Quantifizierungsberechnungen eingehend diskutiert.

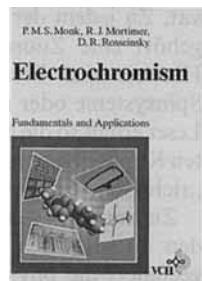
Wer die 500 Seiten aufmerksam liest, wird sich viel aktuelles Wissen über den Einsatz chromatographischer Methoden aneignen. Für Vertiefungen sorgt dann die weiterführende Literatur, die ausführlich zitiert wird.

Jan Andersson

Anorganisch-chemisches Institut
der Universität Münster

Electrochromism. Fundamentals and Applications. Von P. M. S. Monk, R. J. Mortimer und D. R. Rosseinsky. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1995. 216 S., geb. 168.00 DM. – ISBN 3-527-29063-X

Unterscheiden sich die Absorptionsbanden von zwei oder mehr Redoxzuständen einer Verbindung im optischen Spektralbereich, so ändert sich die Farbe bei Oxidation oder Reduktion; sie ist durch Elektronentransfer schaltbar, und man spricht von Elektrochromie. Diese sehr allgemeine Definition nehmen die britischen Physikochemiker Monk, Mortimer und Rosseinsky als Ausgangspunkt für ihre Diskussion des Phänomens. Sie versuchen dabei einen mehrfachen Spagat: Einerseits sollen die Grundlagen für die Erklärung der auffälligen Elektrochromie-Erscheinungen wie für die Interpretation der spektroskopischen und elektrochemischen Experimente an elektrochromen Verbindungen



beschrieben, andererseits bereits realisierte oder hypothetische technische Anwendungsmöglichkeiten erläutert werden. Sowohl der aktiv auf diesem Gebiet Arbeitende wie auch der Neuling sind Adressaten. Zudem stellen sich die Autoren die Aufgabe, nicht nur vom chemischen Gesichtspunkt her zu argumentieren, sondern auch Physiker, Materialwissenschaftler und Ingenieure anzusprechen. Auch bei einer bewußt vorgenommenen Beschränkung der eingearbeiteten Literaturstellen (über 1000 Hinweise sind auf die zwölf Kapitel verteilt) ist dieses Unterfangen auf knapp 200 Textseiten nahezu notwendig problematisch.

Das Buch gliedert sich in drei große Teile, in denen Grundlagen, tatsächlich verwendete Systeme („electrochromic devices“, ECDs) sowie interessante aktuelle und zukünftige Entwicklungen diskutiert werden. Teil I („Introduction“) besteht aus drei Kapiteln. Zunächst wird der Begriff der Elektrochromie definiert, seine Anwendung mit der verwandter Technologien (z.B. den bekannten LCDs oder LEDs) verglichen und am Beispiel eines kommerziellen „intelligenten“ Automobilrückspiegels erläutert. Hier scheint auch eines der potentiell interessantesten konkreten Anwendungsgebiete zu liegen („smart window“). Einige chemische, physikalische und anwendungsbezogene Definitionen beschließen Kapitel 1.

Kapitel 2 soll eine Einführung in die elementaren Vorgänge bei elektrochemischen Reaktionen liefern, die der Elektrochromie zugrunde liegen. Ausgehend von der galvanischen Zelle wird der Begriff des Potentials entwickelt [wobei recht unkritisch die pseudo-Referenzelektrode auf Silberdrahtbasis diskutiert wird (S. 25), von der sicherlich abzuraten ist; dagegen werden Referenzsysteme wie Ferrocen/Ferricinium-Ion ignoriert]. Unter dem Stichwort „voltammetry“ wird das Potential mit Dynamik, Kinetik und Ladungstransfer an Elektroden verknüpft. Schließlich folgt eine Klassifikation von Elektrochromen auf Basis der Löslichkeit der diversen Redoxstufen. Die an sich schon nicht einfache Vorzeichenkonvention der Elektrochemie für Potentiale wird leider nicht gerade durchsichtig über ein Beispiel erklärt, das die Autoren selbst als „unusual use, even an abuse“ bezeichnen. Daß das Potential E der Arbeitselektrode in einer Voltammetriezelle auf eine Vergleichselektrode bezogen wird, ist natürlich wichtig, daß dies aber auch für die Vorschubgeschwindigkeit dE/dt gelten soll (S. 29), erscheint mir nicht einsichtig. Es wäre von Vorteil gewesen, nicht nur cyclische Voltammogramme von gelösten, sondern auch von adsorbierten Spezies

genauer zu besprechen, denn redoxaktive Teilchen auf der Elektrodenoberfläche spielen im weiteren Verlauf immer wieder eine Rolle. Insgesamt scheinen mir diese Abschnitte am wenigsten gelungen.

Kapitel 3 beschreibt knapp die wesentlichen Anwendungsprinzipien und Elemente eines ECD, unter anderem die Anordnung der Elektroden, die Elektrolyte und die Herstellung elektrochromer Filme. Am Beispiel des bereits erwähnten Rückspiegels wird die konkrete technische Umsetzung erläutert.

In sieben Kapiteln lassen die Autoren nun (Teil II: „Electrochromic Systems“) die wichtigsten Stoffklassen Revue passieren, die bezüglich elektrochromer Eigenschaften untersucht werden: Metalloxide, Phthalocyanine, Berliner Blau und Analoga, Bipyridinium-Systeme, elektroaktive organische leitfähige Polymere und einige andere anorganische und organische Substanzen. In der Art eines Übersichtsartikels wird jeweils eine große Zahl von Literaturstellen (laut Vorwort aktuell bis Spätsommer 1994) geliefert. Schon aus Platzgründen muß es hierbei aber bei einer häufig nur knappen Erwähnung der Resultate im Text bleiben. Immerhin gelingt es den Autoren, die nahezu unübersehbare Vielfalt elektrochromer Systeme (jeder optische „Redoxindikator“ ist prinzipiell ein Elektrochrom, S. 122) vor den Augen des Lesers eindrücklich Gestalt annehmen zu lassen. Immer wieder wird auf Probleme und Lösungsmöglichkeiten bei der Umsetzung in praktisch anwendbare ECDs hingewiesen. Wenn nötig, werden auch sich widersprechende Ansichten in der Literatur gegenübergestellt – allerdings gewichten die Autoren die Resultate nur in wenigen Fällen kritisch. Es wird nicht verschwiegen, daß noch viele der angegebenen Reaktionsmechanismen im Detail ungeklärt und bei den Anwendungen viele Fragen offen sind.

Das Buch schließt mit zwei Kapiteln über Polyelektrochromie (elektrochrome Systeme mit mehr als zwei Farben) und Photoelektrochromie (Elektrochromie tritt nur unter Belichtung auf) unter der Überschrift „Elaborations“ (Teil III). In diesem Zusammenhang wird auch auf mögliche zukünftige Entwicklungen wie den elektrochromen Vierfarbdruck eingegangen.

Die Zahl der mir aufgefallenen Druckfehler ist relativ gering („TPAP“, besser „TBAP“ als Abkürzung für das Leitsalz „tetra-*n*-butylammonium perchlorate“, S. XXII; Klammersetzung in Zeile 11, S. 28; Sevcik, besser Ševčík, S. 31; Klammersetzung in Zeile 8 auf S. 32; Hochstelzung von „+·“ in Gl. (8.1); „Würster

salts“, besser „Wurster salts“, Zeile 1 von Abschnitt 10.1.4, S. 176). Bisweilen scheinen Satzteile verloren gegangen zu sein: „...have performed ellipsometric studies the proton injection into... films...“ (S. 64, Zeile 11 von unten); „...thiophene units are chemically bonded rather than by physically mixed“ (S. 163, letzte Zeile). In Abbildung 9.1 sind am Rande einige Symbole abgeschnitten, auf S. 177 ist statt eines Pyrazolins ein Pyrazolderivat abgebildet. Einige weitere Ungenauigkeiten seien nur kurz aufgezählt: In der Abkürzungsliste hätte man besser die alphabetische Anordnung durchgehend beibehalten (S. XXII unten, XXIII oben); der Begriff „reversibility“ sollte im Zusammenhang mit cyclischen Voltammogrammen nicht mit dem der „superimpossibility“ verwechselt werden (S. 32); i_0 wird als „standard exchange current“ mit der Einheit „ μAcm^{-2} “ angegeben, letzteres ist aber die Einheit einer Stromdichte (S. 32/33); die in Tabelle 2.1 erwähnte Chronoamperometrie wird nicht erklärt; in Abbildung 6.1 wird das Potential gegen eine – nicht erläuterte – „SSCE“-Ver gleichselektrode angegeben; auf Abbildung 8.4 fand ich im Text keinen Verweis; unter dem Titel „Pulsed Potentials“ (Abschnitt 8.4.2) werden Experimente mit „Pulses of current...“ beschrieben; Aniline (S. 143) sind natürlich keine Heterocyclen, und o-Tolidin (S. 147) ist kein N-substituiertes Anilin; in Tabelle 9.11 sucht man den Diederwinkel, von dem Absorptionsmaximum und Oxidationspotential abhängen sollen, vergeblich.

Ob „anyone wishing to enter the field“ (man bedenke das angestrebte breite Auditorium!) mit diesem Buch gedient ist, wage ich zu bezweifeln. Hierzu hätten sicherlich die grundlegenden Kapitel in Teil I exakter bearbeitet und in Teil II die Literatur kritischer bewertet und eingordnet werden müssen. Der Wissenschaftler, der sich mit elektrochromen Systemen konkret beschäftigt, sei es in der Grundlagenforschung oder in der Anwendung, wird aber darüber wie über die genannten kleineren Fehler hinwegsehen können. Er wird in Teil II eine reiche Ausbeute an weiterführenden Literaturstellen finden.

Bernd Speiser

Institut für Organische Chemie
der Universität Tübingen

NMR-Spektroskopie für Anwender. Von W.-D. Herzog und M. Messerschmidt. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1995. 194 S., Broschur 58.00 DM. – ISBN 3-527-28690-X

NMR – Konzepte und Methoden. Von D. Canet. Springer, Heidelberg, 1994. 245 S., Broschur 48.00 DM. – ISBN 3-540-58204-5

Im Vorwort nennt das Buch „NMR-Spektroskopie für Anwender“ als Zielgruppe „Laboranten, Studienanfänger, Techniker und Ingenieure“. Es versucht eine Einführung in die NMR-Spektroskopie über anwendungsbezogene Beispiele ohne „komplizierte physikalische Betrachtungsweisen“. Das Buch ist in zehn Teile gegliedert, beginnend mit physikalischen und mathematischen Grundlagen; es folgen praktische Aspekte, je ein Kapitel über die Auswertung, Lösungsmitteleffekte, Störungen im ^1H -NMR-Spektrum, eine Übersicht über die Parameter eines Protonenspektrums, Grundlagen der ^{13}C -NMR-Spektroskopie und schließlich ein Anhang mit ^1H -NMR-Spektren.

Kapitel 1 und 2 führen behutsam in die Grundlagen ein, wobei die Autoren sich auf das zum Verständnis Notwendige beschränken. Jeweils ein bis zwei Seiten beschreiben elektrische, magnetische und elektromagnetische Felder; mit Hilfe der als vertraut vorausgesetzten UV-Spektroskopie werden Energieaustausch, -umwandlung und Strahlung näher erläutert. Mit Gedankenexperimenten und Analogien werden die möglichen Zustände eines Spins verdeutlicht. Eine Erklärung, welche Kerne weshalb NMR-spektroskopisch beobachtbar seien, schließt sich an, und danach wird die Signalerzeugung erklärt. In den mathematischen Grundlagen wird auf die Boltzmann-Verteilung als Formel eingegangen; es folgt ein kurzer „vorher-nachher“-Vergleich einiger FID aus einer einzelnen Sinusschwingung mit deren Fourier-Transformierten. Ein Höhepunkt des Buches ist die Erklärung des harten Rechteckpulses, die ohne die Heisenbergsche Unschärferelation auskommt. Die vorher erörterten Grundlagen sind ausreichend, um ohne quantenmechanische Kenntnisse die Prinzipien der NMR-Spektroskopie nachzu vollziehen.

Im dritten Kapitel gehen die Autoren auf das Spektrometer und den Magneten ein, beschreiben den Umgang mit Proben und führen die ppm-Skala ein. Daß ein Kryostat mit „Thermosflasche“ gleichgesetzt wird, ist etwas platt, da keinerlei weitere Erläuterung folgt, ansonsten liefert dieses Kapitel eine gute und knappe Einführung. Die für die Qualität einer NMR-

Probe interessanten Fragen wie Salzgehalt, Füllhöhe und Lösungsmittel werden besprochen.

Nach der Lektüre des vierten Kapitels ist der Leser in der Lage, einfache 1D-Spektren auszuwerten. Neben groben Einteilungen, an welcher Stelle eines Spektrums die Signale welcher Protonenspezies zu erwarten sind, werden auch die physikalischen Hintergründe der Verschiebungen und Aufspaltungen der Signale anschaulich und in ausreichendem Maße nähergebracht.

Es folgen dreieinhalb Seiten über „Quantitative ^1H -NMR-Spektroskopie“, in denen kurz und präzise gezeigt wird, wie man über den Vergleich von Signalen Anteile von einzelnen Substanzen in Gemischen herausfinden kann.

Vier Seiten mit kommentierten Parameterlisten schließen sich an – leider wurden bis zu diesem Punkt die in einer der Listen vorkommenden Dummy-Scans nie erwähnt. Daß eine solche Liste einen Einblick in die Vielzahl der Parameter eines modernen Spektrometers gibt, sei unbestritten; ob man ihnen ein gesondertes Kapitel widmen sollte, ist eine andere Frage.

Das letzte Kapitel vor den Beispielspektren geht kurz auf die Grundlagen der ^{13}C -NMR-Spektroskopie ein. Auch hier wird der Leser anwendungsbezogen auf diese Spektroskopie hingeführt; Lösungsmittel, Probenmengen und Interpretation der Spektren stehen im Vordergrund. Dabei leisten sich die Autoren einen groben Fehler, indem sie Uracil als „Aminosäure der DNS“ bezeichnen.

Der etwa 50 Seiten starke Anhang mit ^1H -NMR-Spektren rundet dieses Buch ab. Er beginnt mit einfachen Spektren von Methanol und Diisopropylether und geht bis zu einem Aminocephalosporin-Derivat. Zu jedem der abgebildeten Spektren gehört eine Zuordnungstabelle und ein Hinweis auf Besonderheiten, z.B. auf Spinsysteme oder mesomere Effekte. Der Leser erhält so die Möglichkeit, die im vierten Kapitel beschriebenen Signalmuster in „richtigen“ Spektren wiederzufinden.

Zusammenfassend ist dieses Buch für den interessierten Studenten nur minder geeignet; die physikalischen und mathematischen Grundlagen sind nicht tiefgehend genug, der völlige Verzicht auf alles, was über 1D-Spektren hinausgeht, ist sehr bald limitierend. Dieses Buch ermöglicht dem völlig Neuling einen allerersten Einstieg in die NMR-Spektroskopie. Die Texte sind gut lesbar und die Abbildungen ausreichend. Die wenigen Fehler (falsche Skalierung bei -OH auf S. 107, Tabelle falsch bezeichnet auf S. 28) ändern nichts am guten Gesamteindruck.