

Stoßaktivierung an Hybridgeräten [1]

Prof. Dr. H. Blitz und Mitarbeiter [2]

Einleitung:

Während die Stoßaktivierung im Porzellanhandel äußerst unbeliebt ist [3], gilt sie in der Massenspektrometrie als attraktive [4] Methode zur Beseitigung oder Erzeugung von Problemen.

Aus diesen Gründen haben wir unsere Arbeiten auf diesem Gebiet intensiviert.

Experimenteller Teil:

Um den Gesamteinfluß der Stoßquadrupole auf das Fragmentierungsverhalten [5] bei MS/MS-Experimenten an Hybridgeräten [6] zu untersuchen, wurden Sektorfeld-Massenspektrometer vom Typ Kratos MS 25 [7] mit Quadrupolgeräten der Typen HP MSD, VG Trio, sowie Finnigan MAT TSQ gestoßen (Abb. 1).

Als positive Referenz diente der Stoß an einer massiven Betonmauer [8]. Die Stöße wurden jeweils mit einer Geschwindigkeit von 100 km/h auf der A4 zwischen Köln und Aachen durchgeführt [9].

Ergebnisse und Diskussion:

Das Verhältnis von Größe und Gewicht des Quadrupols zum Sektorfeld-Gerät ist von ganz entscheidender Bedeutung für das Fragmentierungsverhalten. So kann beim Einsatz der schweren Triple-Quadrupole eine ausgeprägte Fragmentierung beobachtet werden, während selbst Mehrfachstöße [10] mit vielen MSDs nur wenige Spaltungsreaktionen auslösen.

Als besonders stoßempfindlich erweisen sich Elektronik und Rechnersystem, auch Einlaßsysteme spalten schnell quantitativ ab. Leider kann selbst durch die Kopplung mit HPLC oder Gaschromatographie keine bessere Trennung der einzelnen Gerätefraktionen erreicht werden.

Eine Fragmentierung des Magneten wird erst bei höheren kinetischen Energien erreicht, wie sie bei der Verwendung von Sektorfeldgeräten als Flugzeit-Massenspektrometer auftritt [11].

Weiterführende Untersuchungen mussten aber leider auf Grund fehlender finanzieller Mittel eingestellt werden.

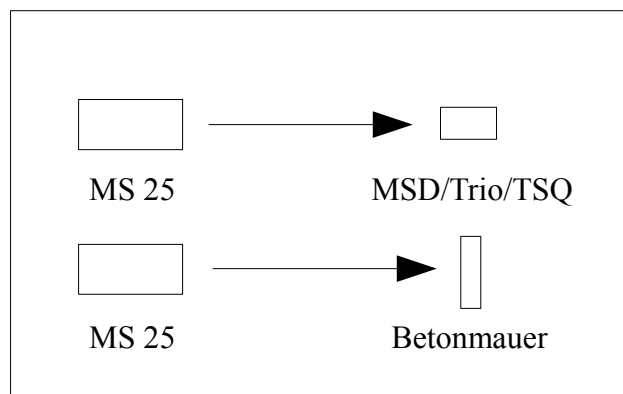


Abb. 1: Schema der Stoßexperimente

Danksagungen:

Wir danken der Baugesellschaft Hoch-Runter für die Bereitstellung der Betonmauer und der freiwilligen Feuerwehr Köln für die Aufräumarbeiten. Besonderer Dank gilt unserer Putzfrau für die Durchsicht des Manuskripts.

Diese Untersuchung wurde vom Verband der deutschen Schrotthändler moralisch unterstützt.

- [1] Teil 5 der populären Serie *Massenspektrometrie für die Massen*.
- [2] Institut für Organische Chemie II der Universität zu Köln.
- [3] L. Efant, *Pure Appl. Catastro.* **3**, 688 (165).
- [4] Play-MAT-e des Monats, *Playboy* **24**, 70 (1989).
- [5] H. Schwatz, *Fragmente ohne Ende*, Viehisweg Verlag, Braunschweig 1973.
- [6] Hybridgeräte vereinigen alle Nachteile der kombinierten Systeme in einem Instrument.
- [7] Gerät mit hochkant raus fliegenden Ionen.
- [8] 5 m x 3 m x 1 m solider Stahlbeton.
- [9] Nach ersten unangemeldeten Experimenten konnte die Polizei zu einer weitläufigen Sperrung der Autobahn überredet werden.
- [10] M. Przblllsss, M. Tyson, *Aggress. Chem.* **89**, 14 (1987).
- [11] Hierbei werden Sektorfeldgeräte in 10 km Höhe aus Transport-Flugzeugen geworfen und ihre Flugzeit bis zum Boden gemessen.

Pyoverdine aus Pseudohomaden [1]

Prof. Dr. H. Blitz, Dr. K. Tarax [2]

Einleitung:

Bakterieninhaltsstoffe stehen seit der letzten Darminfektion Königin Sylvias von Schweden [3] im Blickpunkt des öffentlichen Interesse.

Wir haben uns daher entschlossen, unsere Untersuchungen über Bakterieninhaltsstoffe auf die Gattung der Pseudohomaden auszudehnen.

Experimenteller Teil:

Sorgsam ausgewählte, besonders zutrauliche Exemplare der Species *Pseudohomas chemicans* [4] wurden 5 Tage lang bei Raumtemperatur, künstlichem Licht und passiver Belüftung [5] unter Verwendung von synthetischen Eisenmangel-Minimalmedien [6] geschüttelt.

Hierbei kam es wiederholt und in unregelmäßigen Abständen zur spontanen Ausschüttung einer speigrünen [7] Verbindung uneinheitlicher Konsistenz, die in Spezialbehältern [8] aufgefangen und zur näheren Charakterisierung über eine präparative HAAR-Gelsäule [9] chromatographiert wurde.

Die erhaltenen Fraktionen wurden UV-spektroskopisch, durch ungezielte POESY 3D-NMR-Experimente [10] und mit CO/FBB/FT/MS/MS [11] Massenspektrometrie untersucht.

Ergebnisse und Diskussion:

Die kritische Auswertung der UV-, NMR- und Massenspektren legt nahe, dass es sich bei den analysierten Substanzen nicht um Pyoverdine im klassischen Sinne [12] handelt.

Möglicherweise erfolgt die Ausschüttung der Verbindungen nicht nur aus komplexchemischen Gründen, sondern ist eher rein mechanischen Ursprungs [13].

Weitere vertiefende Untersuchungen in dieser Richtung stehen noch aus.

Danksagungen:

Wir danken den städtischen Wasserwerken für die Spenden an Dihydrogenoxid und dem DFB für die Einführung der Winterpause, ohne die diese Arbeit nicht durchführbar gewesen wäre. Besonderer Dank gilt unserem Hausmeister für die Interpretation der 3D-NMR Spektren.

Diese Arbeit wurde vom Bund der Anonymen Alkoholiker finanziell und spirituell unterstützt.

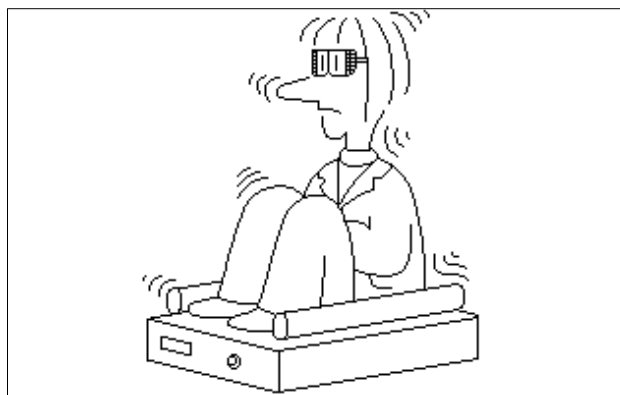


Abb. 1: Versuchsaufbau

- [1] Teil 7 der populären Serie *Sidereien mit Siderophoren*.
- [2] Institut für Organische Chemie II der Universität zu Köln.
Tarax jetzt auch im 5 kilo Paket!
- [3] A. Schwazer, *Fr. i. Spiegel* **62**, 17 (1990).
- [4] In großen Populationen an Universitäten zu finden und uns freundlicherweise von Dr. H. Cord-Hose zur Verfügung gestellt.
- [5] Im Test-Labor schwankte die Temperatur zwischen 10-40 °C, die Lüftung war defekt.
- [6] Mensaessen 1-3, Wahlessen oder Biothek.
In den Medien wurden stark schwankende Eisenwerte gemessen, das sehr eisenhaltige Besteck wurde jedoch immer verschmät.
- [7] H. Eckauf, H. Balloni, *Farbspielereien der Chemie*, Verlag Alchemie, Bierheim 1964.
- [8] Lufthansa Catering, Frankfurt/Main.
- [9] HAAR: Hardly Average if Any Resolution.
- [10] H. Heine, J. W. Goethe, *J. Magn. Ignor.* **48**, 926 (1889).
- [11] Continous Overflow Fast Bakteria Bombardment Fourier Transpiration MS/MS.
- [12] Ab. D. Allah, Frank. N. Stein, *Transylvan. Chem. Rev.* **13**, 4711 (1752).
- [13] O. Waalkes, *Motorisch induzierte Retro-assimilation beim australischen Känguruh*, Reihermann Verlag, Bruchtal 1975.

Die Synthese eines völlig überflüssigen bunten Moleküls

Diplomarbeit

reingelegt
von Axel Zucken
aus Köln

© 2009 Dr. Werner Spahl Das Original
(spahl@cup.uni-muenchen.de) ist von 1993.

Diese Arbeit wurde irgendwann zwischen 1992 und 1993 am Institut für Organisch Chemische Beschäftigungstherapie der Universität zu Köln zusammen gesaut.

Meinem verehrten Lehrer Prof. Dr. E. Munenz danke ich für das langweilige Thema und sein äußerst mildes Interesse an dieser Arbeit. Prof. Dr. W. Grimmig und Prof. Dr. O. Ärmer danke ich für ihre tatkräftige Unterstützung, trotz derer diese Arbeit zustande kam.

Inhaltsverzeichnis

1. Umleitung

2. Selbstaufgabe

3. Hauptsächlicher Teil

4. Zusammenlegung

5. Nebensächlicher Teil

6. Belletristik

Abkürzungsverzeichnis:

z. B. ziemlich Blöd

u. a. unnötig albern

usw. und schon wieder

1. Umleitung

Viele der in der Natur vorkommenden Moleküle sind bunt. Aber nicht alle. Eigentlich viel zu wenige. Vor allem viel zu wenige völlig überflüssige. Denn wenn auch die Buntheit eines Moleküls nicht mit der Überflüssigkeit korreliert, so sind doch gerade die interdisziplinär so reizvollen, sogenannten „Moleküle des Lebens“ [1], trotz ihrer oft ganz besonders tiefen Buntheit im Großen und Ganzen eher nicht überflüssig.

2. Selbstaufgabe

Weil es viel zu wenige völlig überflüssige bunte Moleküle gibt, war es Aufgabe dieser Arbeit, ein nagelneues völlig überflüssiges buntes Molekül zu synthetisieren.

3. Hauptsächlicher Teil

3.1 Synthetik

Zur Synthese des neuen bunten Moleküls wurde konsequenterweise von einer großen Menge an bunten Ausgangssubstanzen ausgegangen. Diese wurden mittels der von McCurry bei der ersten Totalsynthese einer Curry-Wurst [2] erfolgreich eingeführten McCurry-Kupplung gekoppelt.

Die Reaktion begann zunächst etwas zögerlich, nach dem plötzlichen Anspringen kam es jedoch spontan zur vollständigen Umsetzung des gesamten Labors inklusive eines Praktikanten [3].

Das umgesetzte Labor wurde nach unüblichen Methoden aufgearbeitet. Es konnten 42 tief-schwarze Fraktionen isoliert werden, von denen sich nach Klorometrie und Dünnschichtchromatographie jedoch 41 als bereits bekannte Kohlenstoff- und Teermodifikationen herausstellten [4]. z. B. neuartige Verbindung in der 42. Fraktion ist noch nicht literarisch beschrieben und wurde aufgrund ihrer ausgeprägt sehr dunklen Buntheit Darkophen getauft.

3.2 Analysis

Mit Hilfe sehr teurer analytischer Methoden [5] konnte anhand substanzunabhängiger Spektren zweifelsfrei nachgewiesen werden, dass Darkophen aller Voraussicht nach Kohlenstoff enthält. Weitere Details zur Zusammensetzung, respektive zur Struktur, sind noch unbekannt.

Obwohl Darkophen ganz besonders tiefbunt, ja geradezu schon fast schwarz ist, konnte seine völlige Überflüssigkeit erfolgreich demonstriert werden [6]. Auch wenn es sich bei dieser Spezies um einen äußerst interessanten CO₂-Vorläufer handelt, erscheint doch analog zum Diamanten der Einsatz als „CO₂ in der Flasche“ unrentabel. Es wurde außerdem gezeigt, dass Darkophen keine Anwendungsmöglichkeiten im Rahmen der Crêpesforschung [7] verspricht.

4. Zusammenlegung

Es gelang die Synthese einer tiefschwarzen Substanz, die zwar nicht durch ihre Buntheit, aber dafür durch ihre Überflüssigkeit überzeugt.

5. Nebensächlicher Teil

5.1 Zerstörte Geräte

Praktisch alle zur Verfügung stehenden Geräte wurden ausgiebig und total zerstört. Neben dem Quenchen eines fabrikneuen 800 MHz NMR-Gerätes und dem Mit-Öl-voll-laufen-lassen eines Fourier Transform Massenspektrometers, konnte einer Reihe von GCs und HPLCs erfolgreich der goldene Schuss gesetzt werden [8]. Die letzte Glasbläserrechnung erreichte insgesamt etwa den Wert eines normalen Außenhandelsdefizits.

5.2 Verschwendete Chemikalien

Bei pyrotechnischen Vorversuchen und der dann folgenden Totalumsetzung des Labors wurden alle bunten Chemikalien auf den Seiten 1-1462 des Aldrich Katalog 1992-93 verbraucht.

5.3 Kochrezept

Achtung! Dieser Versuch gefährdet ihr Labor und ihre Praktikanten! Es empfiehlt sich deshalb die Durchführung an einem anderen Institut oder die Verwendung von Einweglaboren [9].

Liebe Kinder, versucht bitte nicht, dieses Experiment zu Hause nachzumachen!

Die Chemikalien werden in einem 5 l Schreihalskolben mit 1 m Rückflußpüler, Trockenrohr und KGB-Rührer hinterlegt und durch vorsichtiges Fächeln mit dem Plasmabrenner erwärmt, bis das Glas langsam Blasen wirft. Dann wird die Reaktion photochemisch durch Einstrahlen im niederfrequenten Gammabereich gestartet.

Nach dem Anspringen der Kupplung ist das Labor sofort fluchtartig zu verlassen!

Die Laborüberreste werden glühend in 50.000 l Löschwasser aufgenommen und dann mit 50 l flüssigem Sauerstoff extrahiert. Der Extrakt wird auf eine 3 m Uransalzsäule aufgetragen und mit 300 %igem Wasserstoffperoxid gesäult. Nach Ausschütteln der Fraktionen mit Nitroglycerin und Trocknen über weißem Phosphor werden die Auflösungsmittel abgezockt, die rückständigen Produkte aus siedender Chromschwefelsäure umkristallisiert und im Autoklaven unter reiner Fluor-Schutzgas-Atmosphäre aufbewahrt.

6. Belletristik

- [1] D. Adams, *Das Leben, das Universum und der ganze Rest*, Ullstein, Frankfurt/M 1986.
- [2] H. Grönemeyer, *Total egal*, Intercord 1982.
- [3] K. Kinte, H. Blitz, *Sklaven in der Chemie*, Walter der Brüder Verlag, Berlin 1977.
- [4] O. Shit, *Vom Annulen zum Kohlenstoff: Moderne Wege die Ausbeute zu vernichten*, MPI Kohlforschung, Mainz 1985.
- [5] Th. Krux, *Wall Str. J.* **124**, 85 (1990).
- [6] A. Zucken, *5th International Looser Meeting*, Saumagen 1993.
- [7] P. Bocuse, *Ess. Trink.* **73**, 446 (1965).
- [8] G. Leichtsinn, *J. Lab. Lapsus* **13**, 86 (1988).
- [9] Neu! Einweglabore jetzt auch im 5'er Pack, mit Laboranten und grünem Punkt!

Danksagungen:

Ich danke meinen Kollegen für die furchtbaren Diskussionen und meinem Computer für das Gegenlesen dieser Arbeit.

Weiterhin danke ich Herrn Dr. H. Schnickler für korrektive Anpassungen einiger Messergebnisse.
