

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Stegerwaldstraße 39
48565 Steinfurt
Telefon: (0 25 51) - 9 62 - 1 93
Fax: (0 25 51) - 9 62 - 7 11



Dekan: Prof. Dr.-Ing. Richard Korff



Prodekan: Prof. Dr.-Ing. Volkmar Jordan

Lehrkörper:

Altenburg, Horst, Prof. Dr. rer. nat.
Bliefert, Claus, Prof. Dr. rer. nat.
Bredol, Michael, Prof. Dr. rer. nat.
Büttner, Hermann, Prof. Dr. rer. nat.
Dettmann, Peter, Prof. Dr.-Ing.
Ebeling, Norbert, Prof. Dr.-Ing.

Janßen, Anton, Prof. Dr. rer. nat.
Jordan, Volkmar, Prof. Dr.-Ing.
Korff, Richard, Prof. Dr.-Ing.
Kynast, Ulrich, Prof. Dr. rer. nat.
Lieck, Günter, Prof. Dr. rer. nat.

Löns, Jürgen, Dr. rer. nat.
Lorenz, Reinhard, Prof. Dr. rer. nat.

Maaß-Sagolla, Susanne, Dipl.-Übersetzerin
Niederrenk, Klaus, Prof. Dr. rer. nat.
Pachner, Udo, Prof. Dr. rer. nat.
Pott-Langemeyer, Dr.-Ing.
Seifert, Ulrich, Dr.-Ing.
Schulz, Hans-Georg, Prof. Dr. rer. nat.
Weiper-Idelmann, Andreas, Prof. Dr. rer. nat.

Lehrgebiet:

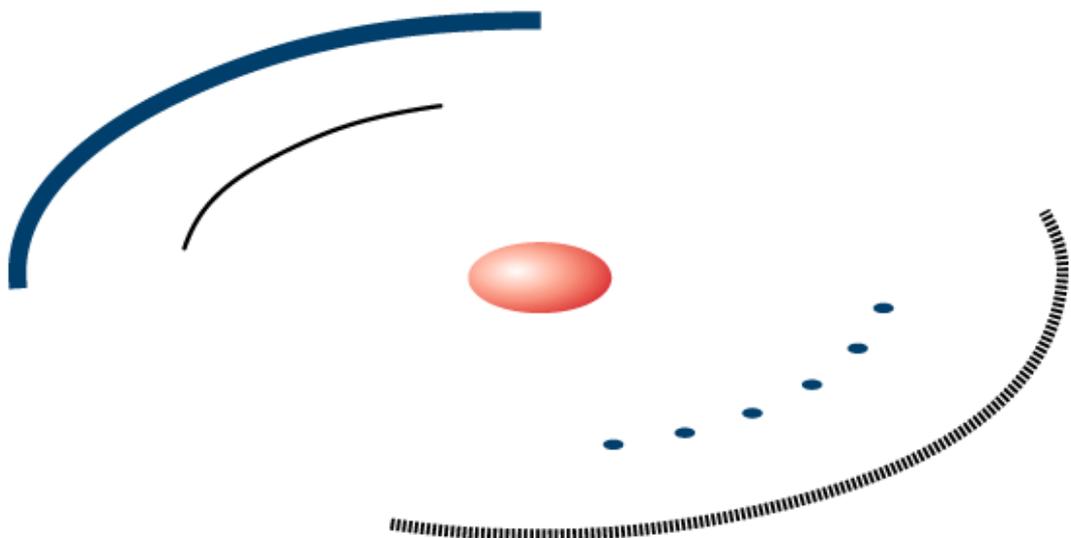
Allgemeine, Anorganische und Analytische Chemie
Umweltchemie
Physikalische Chemie
Organische Chemie, Biochemie
Technische Chemie und Chemische Verfahrenstechnik
Chemische Verfahrenstechnik und Strömungs- und Wärmelehre
Analytische Chemie, insbesondere Instrumentelle Analytik
Technische Chemie
Chemische Reaktions- und Prozesstechnik
Allgemeine, Anorganische und Analytische Chemie
Anorganische, Analytische Chemie, insbesondere Instrumentelle Analytik
Materialcharakterisierung
Technologie und Chemie der Kunststoffe, Organische Chemie
Technisches Englisch
Mathematik, Datenverarbeitung, Angewandte Informatik
Mathematik, Datenverarbeitung, Angewandte Informatik
Mathematik
Sicherheitstechnik
Anorganische und Analytische Chemie, Instrumentelle Analytik
Organische Chemie



Zusammenfassung Diplomarbeiten

der Absolventen

Studiengang Chemieingenieurwesen



Vorwort:

Die Diplomarbeit stellt zusammen mit dem Praxissemester ein wesentliches Bindeglied zwischen Fachhochschule und Industrie dar. Insbesondere die Diplomarbeit als letzter Baustein der Ausbildung zur Chemieingenieurin und zum Chemieingenieur dient dazu, das im Studium erworbene theoretische Wissen eigenständig im Rahmen eines Projektes anzuwenden und weiterzuentwickeln. Diese Projekte ergeben sich aus praxisorientierten Themenstellungen, die in Zusammenarbeit mit der Industrie und Instituten bzw. in von öffentlicher Hand und Industrie geförderten Forschungsprojekten der Fachhochschule Münster durchgeführt werden.

Da der überwiegende Anteil der Diplomarbeiten in den Unternehmen durchgeführt wird, trägt die Diplomarbeit wesentlich zum Wissenstransfer aus der Hochschule in die Industrie und zurück in die Hochschule bei. Dieser beidseitige Transfer ist sehr wichtig für die Fachhochschule und den Fachbereich Chemieingenieurwesen, da dadurch die Aktualität der Lehre unterstützt wird und vielfältige Forschungs- und Entwicklungskooperationen initiiert werden.

Dieses Heft soll dem Leser eine Übersicht über die Diplomarbeiten des letzten Jahres geben. Es wurden jeweils die Zusammenfassungen der Absolventen, die somit auch für den Inhalt verantwortlich zeichnen, verwendet. Die Themen sind den Studienrichtungen unseres Fachbereiches

- Instrumentelle Analytik,
- Biotechnologie,
- Angewandte Materialwissenschaft,
- Kunststofftechnologie,
- Chemische Verfahrenstechnik und
- Chemische Umwelttechnik

zuzuordnen.

Die vorliegende Zusammenstellung wird in diesem Jahr erstmals in dieser Form herausgegeben. Obwohl, insbesondere was die äußere Form angeht, sicherlich nicht perfekt, wird dieses Heft hoffentlich für alle Freunde und Kooperationspartner des Fachbereiches Chemieingenieurwesen eine interessante Lektüre darstellen.



Der Dekan, im April 2002

Synthese und Charakterisierung von Zirconiumoxid-Nanopartikeln

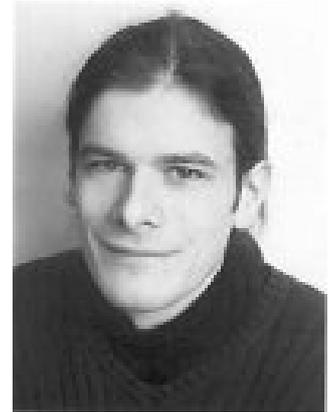
In der vorliegenden Arbeit wurden Zirconiumoxid-Nanopartikel in Mikroemulsionen präpariert und charakterisiert.

Im Vordergrund der Untersuchungen stand dabei, Einflüsse verschiedener Syntheseparameter auf die Eigenschaften der Produkte zu finden und zu beschreiben.

Ein deutlicher Einfluss auf die Eigenschaften der Zirconiumoxide konnte für die Zusammensetzung der Mikroemulsion gezeigt werden. Durch ein großes Tensid-zu-Wasser-Verhältnis und einem großen Volumenanteil der Ölphase konnten Materialien mit spezifischen Oberflächen bis zu $175 \text{ m}^2/\text{g}$ synthetisiert werden. Die so präparierten Partikel hatten eine enge Größenverteilung und Durchmesser von ca. 5 nm.

Der große Tensidanteil verhinderte allerdings die Ausbildung von aktiven Zentren bei der *in situ*-Sulfatierung.

Diese Materialien waren folglich katalytisch inaktiv, konnten aber durch Tränkimprägnierung nachsulfatiert werden und erlangten dadurch katalytische Aktivität.



Die Verkleinerung des Tensid-zu-Wasser-Verhältnisses und des Volumenanteils der Ölphase führte zu kleineren Oberflächen und breiteren Partikelgrößenverteilungen.

Für Präparationen mit geringen Tensidmengen gelang die *in situ*-Sulfatierung. Besonders durch die Verwendung von großen Zirconium-zu-Wasser-Verhältnissen konnten dabei in einem Syntheseschritt katalytisch aktive Materialien präpariert werden, die einen höheren n-Butanumsatz zeigten als das kommerzielle Vergleichsprodukt der Firma Mel.

Einen weiteren Einfluss auf die Eigenschaften der Materialien übte die Sulfatkonzentration aus. Für eine bestimmte Präparationsmethode konnte mit einer Schwefelsäurekonzentration von 1 mol/L ein Optimum, bezogen auf spezifische Oberfläche und Aktivität, gefunden werden. Besonders deutlich sind die Unterschiede zwischen sulfatierten und unsulfatierten Proben. Die unsulfatierten Zirconiumoxide besaßen wesentlich kleinere spezifische Oberflächen und größere Partikeldurchmesser.

Die Temperaturbehandlung oberhalb von 600°C führte zu Verlusten in der katalytischen Aktivität durch die Zersetzung von Sulfat und das Partikelwachstum, bzw. die Verkleinerung der spezifischen Oberfläche durch Sintereffekte.

In dieser Arbeit konnten also durch die Partikelpräparation in Mikroemulsionen Zirconiumoxide mit hohen Oberflächen und katalytischer Aktivität synthetisiert werden. Diese Methode ist somit Erfolg versprechend für die Anwendung in der heterogenen Katalyse, weitere Untersuchungen zur Optimierung sind jedoch erforderlich

Diplomand:
Holger Althues
Binnenstraße 25
46419 Isselburg

Ort der Diplomarbeit:

***Max-Planck-Institut
für Kohlenforschung
Kaiser-Wilhelm-Platz 1
45470 Mülheim a.d.R.***

Firmen-Betreuer:
Heterogene Katalyse
Arbeitsgruppe:
Prof. Schüth

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Michael Bredol

*Einfluss der Verarbeitungstechnik auf
die Schichtenhaftung bei der
Extrusion flächiger Mehrschichtverbunde*

Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollte ermittelt werden, welchen Einfluss die Verarbeitungsbedingungen bei der Herstellung flächiger Verbunde auf die Haftung, speziell bei Polyamid 12, haben.

Es wurde dabei ermittelt, wie die Variation signifikanter Prozessparameter, der Werkzeugkonfiguration und die Variation der Herstellverfahren auf die Schichtenhaftung bei verschiedenen Haftungsmechanismen einwirkt.

Die Auswahl der Formmassen erfolgte nach der Ausbildung der unterschiedlichen Haftungsmechanismen, die sich in der Grenzschicht der Verbunde ausbilden.

Es hat sich herausgestellt, dass das Haftungssystem, bei dem eine Verbundhaftung durch eine chemische Reaktion in der Grenzschicht erzielt wird, wesentlich unempfindlicher bei der Variation der Prozessparameter, der Fahrweise und der Werkzeugkonfiguration gegenüber den Haftungssystemen ist, bei denen eine Verbundhaftung in der Grenzschicht durch die Ausbildung von verschiedenen und unterschiedlich starken Wechselwirkungen der Moleküle hervorgerufen wird.

Das System mit der chemischen Reaktion in der Grenzfläche wird wenig bis gar nicht durch die Fahrweise, die Abzugsgeschwindigkeit und die Walzentemperatur beeinflusst. Einen stärkeren Einfluss haben Dehndeformationen und Verstreckungen außerhalb des Werkzeugs. Verglichen jedoch mit den Systemen, bei denen eine Verbundhaftung in der Grenzschicht durch die Ausbildung von verschiedenen und unterschiedlich starken Wechselwirkungen der Moleküle hervorgerufen wird, ist der Einfluss sehr gering.

Als ein wichtiger Faktor bei der Beeinflussung der Haftung hat sich die Abkühlgeschwindigkeit innerhalb des Extrudates und somit auch die Verweilzeit unter hoher Temperatur, wenn keine Deformation der Schmelze vor kommt, herausgestellt.

Besonders die Systeme ohne die chemische Reaktion in der Grenzfläche werden davon beeinflusst. Durch die Variation der Walzentemperaturen und der Abzugsgeschwindigkeiten kann hier maßgeblich Einfluss auf die Verbundhaftung genommen werden.

Somit haben Relaxation von Orientierungen und Diffusion von „Haftmolekülen“ in der Grenzschicht einen entscheidenden Einfluss auf die Haftung, wobei beide Vorgänge durch hohe Temperaturen begünstigt werden. Je länger sich die Polymerketten in der Grenzschicht bewegen können, umso besser ist die Haftung.

Festzumachen war dieser Effekt dadurch, dass solche Bändchen, die eine hohe PA12-Schichtdicke aufwiesen, höhere Haftkräfte aufwiesen. Da das PA12 zuerst auf die Walze aufgelegt wurde, fror die Grenzfläche hier langsamer ein.

Genauso haben die Verstreckungen und Dehnungen des Extrudates außerhalb des Werkzeugs einen Einfluss, da hierbei die Relaxation der Polymerketten durch deren Orientierung verhindert wird. Da diese Relaxationen aber, gerade bei Systemen ohne chemische Reaktionen in der Grenzschicht, einen großen Anteil an der Ausbildung von Adhäsionskräften haben, werden diese auch stärker davon beeinflusst.

Weiterhin haben die Fließkanalgeometrien auf die Haftung der Systeme ohne chemische Reaktion in der Grenzschicht einen erkennbaren Einfluss. Auf das System mit chemischer Reaktion in der Grenzschicht haben sie keinen erkennbaren Einfluss.

Weiterhin ist eine interessante Erkenntnis dieser Arbeit, dass bei allen Systemen, gleichgültig ob eine Haftung durch eine chemische Reaktion, Diffusion oder zwischenmolekulare Kräfte zustande kommt, die Fahrweise nur geringfügig Einfluss auf die Haftung nimmt.

Insgesamt ergeben sich bei der Glättwerk- und Kalanderrfahrweise aufgrund der schnelleren Abkühlung und der teilweisen Rotation der Schmelzen im Knet eine geringere Verbundhaftung als bei der Chill-Roll-Fahrweise.

Letztendlich wurde in dieser Arbeit gezeigt, dass bei der Herstellung von Mehrschichtverbunden die Einstellung der Verarbeitungsparameter, je nach Zusammenstellung der Formmassen und der sich daraus bildenden Haftungsmechanismen, individuell angepasst werden müssen, um optimale Haftungsergebnisse zu erzielen

Diese Randbedingung sollte bei der Formmassenentwicklung bereits zu einem frühen Stadium berücksichtigt werden, um unnötige Entwicklungsarbeit zu vermeiden.



*Diplomandin:
Kirsten Alting
Gasselstiege 40
48159 Münster*

Ort der Diplomarbeit:

**DEGUSSA
High Performance
Polymers
Paul-Baumann-Str. 1
45764 Marl**

Firmenbetreuer:

*Dr. Guido Schmitz
Dipl.-Ing. Michael Böer*

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

*Versuche zur Optimierung der Laserspektrometrie
für den Einsatz in der Produktionskontrolle
eines Eisenhüttenwerkes*

In dieser Arbeit wurden Versuche zur Optimierung des Laserspektrometers für den Einsatz in der Hochofen-Prozessanalytik durchgeführt.

Das Laserspektrometer soll die Analyse von Hochofenschlacken und Roheisenproben ohne Probenvorbereitung direkt am Hochofen ermöglichen, wodurch Zeit und Kosten eingespart werden können.

Versuche zeigten bereits, dass dies möglich ist. Lediglich für Kohlenstoff wurden bei Messungen von unbehandelten Oberflächen zu hohe Werte ermittelt, was auf einen erhöhten Gehalt in der Zunderschicht zurückgeführt wird.

Zunächst wurde die Probenahme an die veränderten Ansprüche angepasst.

Durch Argon-Spülung der Sonden konnten weißerstarre Roheisenproben mit dünner Zunderschicht erzeugt werden. Die Saugsonde ist kostengünstiger als die Tauchsonde. Ein Vorteil eines Sondentyps konnte im Rahmen der Arbeit nicht festgestellt werden. Mehrere Sondentypen zur Gewinnung von glasartig erstarrten Hochofenschlacken wurden getestet.



Anhand von Betriebsproben wurde der Einfluss der veränderbaren Parameter untersucht. Eine Verlängerung der Vorreinigungszeit verringert die Streuung gemessener Intensitäten, ebenso wie der Einsatz von Argon-Luft oder Argon-Wasserstoff anstelle von reinem Argon. Argon-Wasserstoff bewirkt außerdem eine Halbierung der Differenz zwischen geschliffener und unbehandelte Oberfläche für Kohlenstoff. Die Vergrößerung des Brennflecks reduziert die Streuung ebenfalls, die erreichte Tiefe ist jedoch geringer. An den Proben mit dünner Zunderschicht wurde der Einfluss auf die Differenz der Intensitäten zwischen unbehandelte und geschliffene Oberfläche überprüft. Der günstige Einfluss von Argon-Wasserstoff bestätigte sich bei diesen Proben nicht. Als günstiger Kompromiss erwies sich eine lange Vorreinigungszeit, die Verwendung des kleinen Brennflecks und Argon-Luft als Spülgas.

Mit diesen optimierten Parametern wurde eine Auswahl an zertifizierten Standards gemessen, um eine Kalibration zu erstellen. Für die meisten Elemente wie z.B. Schwefel, Mangan, Phosphor, Silicium, Chrom und Nickel, ergaben sich gute bis zufriedenstellende Kalibrationsfunktionen, nur bei Kohlenstoff war die Übereinstimmung schlecht.

Aufgrund der Ergebnisse der Kalibration wurde davon abgesehen die verbliebenen Proben mit dünnerer Zunderschicht zu messen, damit diese für spätere Untersuchungen erhalten bleiben.

Mit den im Rahmen der Arbeit optimierten Parametern und den Roheisenproben mit dünner Zunderschicht scheint eine Analyse ohne Probenvorbereitung möglich zu sein.

Diplomandin:
Frauke Bartz
Südstraße 9
46562 Voerde

Ort der Diplomarbeit:

Thyssen Krupp Stahl AG
Forschung, Zentrales
Qualitäts- und Prüfwesen
Kaiser-Wilhelm-Str. 100
47166 Duisburg

Firmenbetreuer:
Dr. Jörg Flock

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Anton Janßen

UV-C Leuchtstoffe für

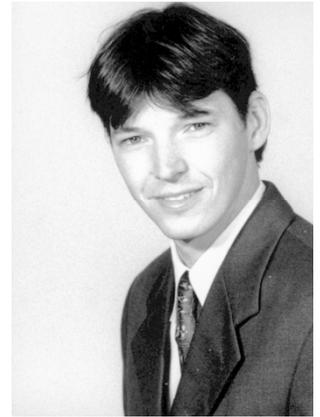
Xe^{}₂-Excimerlampen*

Das Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung von UV-C emittierenden Leuchtstoffen für Xenon-Excimer-Lampen.

Diese Lampen emittieren Licht einer Wellenlänge von 172 nm, welches durch Aufbringen eines geeigneten Leuchtstoffes auf die innere Lampenoberfläche in für Desinfektionsanwendungen nutzbares Licht umgewandelt werden kann.

Um eine Lampe mit einer hohen Desinfektionseffizienz zu erhalten, muss der Leuchtstoff eine hohe Quanten-Ausbeute unter Anregung von 150-190 nm zeigen und eine Emissionsbande zwischen 230 und 280 nm aufweisen.

Diese Lampe kann zur Desinfektion von Trink-, Prozess-, oder Abwasser eingesetzt werden und hat gegenüber den herkömmlichen Hg-Niederdruckentladungslampen den Vorteil, dass sie schnelle Ein- und Ausschaltzyklen erlaubt, sowie ein ideales Startverhalten zeigt.



Diplomand:
Helmut Blankefort
Vitusstraße 7
49762 Lathen

Sie eignet sich damit für den Einsatz bei kleinen, diskontinuierlichen Abnahmemengen, wie sie beispielsweise in einem Haushalt (z.B. Entnahme aus dem Wasserhahn) anfallen und gewährleistet keimfreies Wasser auch in Gegenden, wo eine Versorgung der Bevölkerung mit einwandfreiem Trinkwasser nicht gesichert ist.

Durch die Möglichkeit bei der Wahl eines geeigneten Leuchtstoffes auch andere Wellenlängen im UV-Bereich zu erzeugen, erschließen sich weitere Anwendungsfelder, wie zum Beispiel die Reinigung von Silizium-Wafern mit ozonerzeugender UV-Strahlung.

Um die gewünschten Leuchtstoffe mit dem erforderlichen Spektrum zu erhalten, wurden verschiedene anorganische Wirtsgitter mit verschiedenen Aktivatoren dotiert. Im Rahmen der Diplomarbeit wurden mehrere Materialien gefunden, welche die gewünschten Eigenschaften zeigten.

Ort der Diplomarbeit:

Philips
Forschungslaboratorien
Weisshauptstr. 2
52068 Aachen

Firmen-Betreuer:
Dr. Thomas Jüstel

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Ulrich Kynast

Gold in intermetallischen

Phasen und Clustern

Die vorliegende Diplomarbeit befasst sich mit der Chemie des Goldes, insbesondere einiger intermetallischer Phasen und Clustern. Der edle Charakter des Goldes macht die Chemie komplex und aufwendig.

Die Herstellung von Auriden, also Gold in der Oxidationsstufe -1 , ist meist schwer zu realisieren. Ein Gedankenansatz war die Verwendung von Silicium, bzw. Germanium in der Oxidationsstufe -4 als Reduktionsmittel für Gold. Diese Diplomarbeit beschäftigt sich mit der Herstellung von zunächst $\text{Si}(4-)$ - und $\text{Ge}(4-)$ -haltigen Verbindungen, die dann in einem zweiten Schritt mit Gold reagieren sollten. Aus Strukturüberlegungen folgt, dass sich eine solche Redox-Reaktion durch die entstehenden Zintl-Phasen des Siliciums und Germaniums nachweisen lassen sollten. Es wurde die Wirkung von Silicium- und Germanium- $(4-)$ -Ionen auf elementares Gold anhand von ausgewählten Systemen mit Erdalkalielelementen untersucht. Die vermutete reduzierende Wirkung konnte, wie die Reaktionsprodukte belegen, nachgewiesen werden, obwohl die Umsetzung nicht wie erwartet zu ternären, sondern fast ausschließlich zu binären Verbindungen geführt haben.

So wurden auf der einen Seite Oxidationsprodukte des $\text{Si}^{4+}/\text{Ge}^{4+}$ (TaTt_2 , Ca_5Tt_3 , SrGe_2 ($\text{Tt} = \text{Si, Ge}$)), auf der anderen Seite Reduktionsprodukte des Goldes (MgAu , $\text{CaAu}/\text{CaAu}_2$, $\text{CaAu}_{1+x}\text{Tt}_{1-x}$) beobachtet. Der edle Charakter des Goldes hat sich bei diesen Untersuchungen deutlich bemerkbar gemacht. Es bedarf eines sehr großen Reduktionspotentials, um Gold in Au^- zu überführen. Wie auch Cäsium sind Silicium- und Germanium-Verbindungen der Art E_2Tt in der Lage Gold zu reduzieren. Im Gegensatz zu Cäsium entstehen jedoch meist Phasengemische, die teilweise schwer zu charakterisieren sind.

Im Zuge der fortschreitenden Miniaturisierungen in der Computer-Industrie scheint die derzeitige verwendete Technologie langsam an ihre Grenzen zu stoßen. Die Entwicklung von Speichermedien auf Basis von Metall-Clustern würde eine weitere Verkleinerung zulassen. Dazu müssen Cluster in monodisperser Form im Nanomaßstab hergestellt werden können.

Diese Arbeit befasst sich, neben den intermetallischen Phasen, mit der Herstellung und Charakterisierung von Edelmetall-Clustern. Auch hierbei ist der edle Charakter des Goldes unübersehbar in der Bildungs- und Wachstumsgeschwindigkeit der Cluster und Kolloide wiederzufinden. Dabei zeigte sich, dass mit den verwendeten Methoden zwar eine recht monodisperse Partikelgrößenverteilung im Bereich von 700 – 1200 nm bei Silber und 13 – 500 nm bei Gold erreicht werden kann, eine erwartete Co-Kristallisation mit sogenannten Spacern aber nicht erzielt wurde. Vielmehr scheint die Herstellung eines solchen Kristallverbandes, wenn überhaupt, nur in einer in-situ-Reaktion möglich zu sein.

Die Charakterisierung der entstandenen Produkte ist bedingt durch die Partikelgröße äußerst schwierig und kann nur mit hochauflösenden Untersuchungsmethoden, wie z.B. Transmissions-Elektronen-Mikroskopie erfolgreich durchgeführt werden. Bedingt durch die hohen Reaktionsgeschwindigkeiten wurden in den Kristalliten Gitterbaufehler beobachtet. Diese gilt es in einer weiterführenden Arbeit genauer zu untersuchen und wenn möglich auszuschließen um einen geordneten Kristall mit definierten Abständen zwischen den Gold-Clustern durch entsprechend große Gegenionen (Abstandshalter) herzustellen.



Diplomand:
Stephan-Peter Blöß
Sarweystr. 18
70191 Stuttgart

Ort der Diplomarbeit:

**Max-Planck-Institut
für Festkörperforschung
Heisenbergstr. 1
70569 Stuttgart**

Firmen-Betreuer:
Prof. Dr. M. Jansen

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

Ammoniakspeicher und SCR-Katalysatoren

Die Diplomarbeit beschäftigte sich mit der Herstellung und Entwicklung von Katalysatoren zur Stickoxidminderung in mobilen Anwendungen.

Hergestellt wurden verschiedene Metalloxidsysteme, darunter Zirkondioxid, Titandioxid und Aluminiumoxid. Diese wurden mit Übergangsmetallen als Aktivkomponenten dotiert, um so eine Verbesserung der katalytischen Eigenschaften zu erreichen.

Die Aktivkomponenten wurden durch Tränkpräparation auf den Washcoat aufgetragen. Die so präparierten Systeme wurden durch Tauchen auf Cordieritträger aufgetragen. Durch Kalzinierung wurde die Haftung zwischen Aktivkomponente und Cordieritträger verbessert.



Diplomand:
Markus Brym
59469 Ense-Höingen

Die Charakterisierung erfolgte mittels einer Versuchsanlage, in der die Abgasbedingungen, die in einer mobilen Anwendung auftreten, simuliert werden können. Versuchsgase wurden von einem Flowcomputer gesteuert zudosiert. Nach katalytischer Umsetzung der Stickoxide wurde der Gasstrom analysiert. Dieses erfolgte durch FT-Infrarotspektroskopie, Chemilumineszenz und NDIR.

Ein wichtiges Kriterium war die Stabilität der hergestellten Katalysatoren, daher wurden diese in einem Quarzglasofen bei 800°C mit Luft (10% Wasser) überströmt. Anschließend wurden die Versuche zur Charakterisierung wiederholt und die Veränderung aufgezeichnet.

Ort der Diplomarbeit:

EADS-Dornier GmbH
Daimler Chrysler
Forschung
88039 Friedrichshafen

Firmen-Betreuer:
Dr. Renato Andorf

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Ulrich Kynast

*Einfluss von einem
Ultraschallmischer auf die
Hochdruckumesterung*

Die Aufgabe dieser Diplomarbeit war die Optimierung eines Hochdruck-Umesterungsverfahrens mit Hilfe eines Ultraschallmischers.

Da die zwei Edukte nicht mischbar sind wird angenommen, dass die Reaktionsgeschwindigkeit durch den Stofftransport limitiert ist.

Durch die Turbulenz, die in der Produktionsanlage aber nur teilweise in der Versuchsanlage vorhanden ist, wurde die Mischung schon in eine Emulsion verwandelt.

Laut Literatur wurde angenommen, dass Ultraschall einen guten Effekt auf die Mischung hat. Der Ultraschall würde die Emulsion verfeinern. So würde die Kontaktfläche zwischen den Phasen vergrößert und dadurch könnte die Reaktion beschleunigt werden. Dann kann in der Anlage mit weniger Methanolüberschuss der selbe Umsatz erreicht werden. So könnte man Energie bei der nächste Stufe des Fettalkoholverfahrens einsparen: die Abtrennung des Methanols. Diese Abtrennung braucht viel Energie. Wenn es weniger Methanol in der Mischung enthalten ist, braucht man weniger Energie für die Abtrennung.



Zunächst wurden Versuche bei einem Druck von 70 bar durchgeführt. Eine erste Versuchsreihe wurde auf der Versuchsanlage bei 70 bar und 230 °C durchgeführt. Diese Experimente haben gezeigt, dass der Ultraschall, statt die Reaktion zu beschleunigen, sie verlangsamt.

Die plausibelste Hypothese zur Erklärung dieses Ergebnisses ist, dass die Versuchsbedingungen zu nah am Siedepunkt des Methanols liegen: bei diesen Bedingungen wurde die vom Ultraschallmischer angegebene Leistung reichen, damit ein Teil des Methanols verdampft. Dadurch steht es nicht mehr als Reaktionspartner zur Verfügung.

Um diesen Effekt zu vermeiden wurde eine zweite Versuchsreihe bei höherem Druck (80 bar) durchgeführt. Dadurch waren die Versuchsbedingungen weiter vom Siedepunkt des Methanols entfernt.

In der Tat haben die Experimenten gezeigt, dass der Ultraschallmischer unter diesen Bedingungen eine positiven Einfluss auf die Reaktionsumsatz hat. Dieses Ergebnis bestätigt die oben beschriebene Hypothese und zeigt dass der Ultraschallmischer die Reaktion vermutlich beschleunigen kann.

Da nur wenig Versuche bei erhöhtem Druck durchgeführt wurden, sollten die Ergebnisse durch weitere Experimente bestätigt werden.

Allerdings ist in dieser Versuchen auch zu klären ob und warum es zu einer Verringerung des Umsatzes bei Erhöhung des Druckes kommt.

Diplomandin:
Véronique Chanel
Georges Bizet Avenue 862
38090 Vaulx-Milieu
Frankreich

Ort der Diplomarbeit:

Cognis
Deutschland GmbH
Henkelstr. 67
40589 Düsseldorf

Firmenbetreuer:
Dipl.-Ing.
Bernhard Schleper

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan

*Das Reaktionsverhalten von
historischen Pigmenten
unter Laserbestrahlung (UV bis IR)*

In dieser Studie wurde untersucht, mit welchen Parametern (Wellenlänge, Energiedichte) und in welchem Ausmaß reine Pigmente unter Laserbestrahlung mit dem Nd:YAG-Laser ($\lambda=1064$ nm, 532 nm, 355 nm und 266 nm) verändert werden.

Dazu wurden die chemischen und physikalischen Ursachen der möglichen Verfärbung untersucht.

Die Verwendung von Laserstrahlung zur Reinigung kunsthistorischer Objekten etabliert sich in den letzten Jahren immer mehr. Ein besonders verbreitetes und schwieriges Problem sind dabei Farbfassungen. Sie reagieren (chemisch und physikalisch) sehr empfindlich auf Laserstrahlung.

Es wurden verschiedene Analyse durchgeführt: Differentialthermoanalyse (DTA) um die Verhältnis der Pigmente unter Wärme zu bestimmen, Farbwertemessung (CIE-L*a*b*) für die Farbänderungen, Röntgen-Diffraktometrie (XDR) für die Kristallstruktur und Röntgen-Mikrobereichanalyse (EDX) für die Elementverteilung der Pigmente.



*Diplomandin:
Marie-Pierre Chappé
Rue Legendre 30
75017 Paris
Frankreich*

Die Farbänderung der Pigmente kann verschiedene Gründe haben, sie können z.B. durch laserinduzierte Oxidation oder Phasenumwandlung verursacht werden. Es konnte z.T. auch ein langsamer Rückgang der Verfärbungen beobachtet werden.

Die Mehrzahl der Pigment reagiert bei sehr geringen Energiedichten ($<100 \text{ mJ/cm}^2$) auf die Bestrahlung. Insgesamt hat sich die Grundwellenlänge des Nd:YAG ($\lambda=1064 \text{ nm}$) als am ehesten geeignet erwiesen.

Ort der Diplomarbeit:

***Fachhochschule Münster
Laserzentrum
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt***

*Betreuer Laserzentrum:
Prof. Dr. Klaus Dickmann*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Michael Bredol*

*Entwicklung einer
Latex-/Füllstoffmischung zur
Herstellung von Dichtungsplatten*

Ziel dieser Arbeit war die lösemittelfreie Herstellung von Dichtungsplatten auf der Basis von Kautschuk-Latices. Es wurde ein Naturkautschuk (NR)-Latex verwendet und ein Polychloropren (CR)-Latex.

Es zeigte sich bei systematischer Untersuchung, dass von den drei Dichtungs-üblichen Füllstoffen zwei, nämlich Magnesiumoxid und Kaolin, für Latex-basierte Compounds ungeeignet sind (Agglomeratbildung). Verwendbar ist nur Schwerspat.

In Reihenversuchen wurde das optimale Verhältnis von Latex zu Schwerspat sowie von Latex zu Twaron Pulpe ermittelt. Dabei ergaben sich für beide Latices ähnliche Ergebnisse.

Im dritten Teil der Arbeit wurden die beiden Subsysteme „Latex-Mischung + Schwerspat“ und „Latex-Mischung + Pulpe“ zu einem verpressbaren Dichtungsplatten-Compound zusammengefügt und dieser Compound in Bezug auf Zusammensetzung und Knetprozess weiter optimiert.

Die intensive Vermischung der Ausgangsprodukte zum Compound erfolgt in einem Knetter. Dieser Schritt ist überraschend diffizil, da die Geometrie der Knetschaufeln und der Knetkammer, der Latexgehalt und die Knetviskosität der Mischung aufeinander abgestimmt sein müssen, um einen homogenen, feinteiligen Compound zu erhalten.

Da in Steinfurt nur 30g-Ansätze geknetet werden konnten, wurden Versuche im 500g-Maßstab bei Teijin Twaron in Wuppertal durchgeführt und mit jeweils einer NR-Latex- und einer CR-Latex-Rezeptur größere Dichtungsplatten gepresst.

Die neuen Werkstoffe wurden mit den etablierten Methoden der Dichtungstechnologie charakterisiert. Sie sind grundsätzlich geeignet. Bei den Eigenschaften „Gasdurchlässigkeit“ bzw. „Rückfederung“ wurden die Forderungen der DIN 3535 voll erfüllt bzw. erfüllt. Verbesserungen sind in Bezug auf „Druckstandfestigkeit“ und „Kompressibilität“ erforderlich - Ansätze hierfür werden erörtert.

Da die Arbeit technisches Neuland betritt – es finden sich keine einschlägigen Publikationen für kalandrierbare Latex-basierte Flachdichtungen in der Fach- und Patent-Literatur – müssen noch weitere wichtige Punkte bearbeitet werden. Hierzu zählt die Optimierung der Füllstoff-Mischung, die Herstellung eines klebrigen Compounds, seine Vortrocknung sowie die Verarbeitbarkeit auf dem Kalander.



*Diplomandin:
Katrin Diekmann
Lüttgendortmunder
Hellweg 160
44388 Dortmund*

Ort der Diplomarbeit:

***Fachhochschule Münster
Labor für
Kunststofftechnik
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt***

*Betreuer Kunststofflabor:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan*

*Wechselwirkungen zwischen
Haftklebstoffen und
siliconisierten Trennmaterialien*

Ziel der Arbeit war die Charakterisierung diverser Trennmaterial-Haftklebstoff-Systeme, wie sie zum Beispiel bei doppelseitigen Klebebändern verwendet werden, um damit aus den gewonnenen Erkenntnissen langfristig bei Problemen vor und nach der Produktion von Haftklebeanwendungen schnell und effektiv reagieren zu können.

Dieses soll sowohl Produktionsunterbrechungen als auch Verzögerungen bei der Anwendung verhindern.

Es galt zum einen mehr über die im tesa-Produktsortiment verwendeten Materialien und zum anderen auch über die bis dahin noch weitgehend unbeachteten zu erfahren, um mögliche Einsatzgebiete aufzudecken. So kamen zahlreiche siliconisierte Trennmaterialien sowie verschiedene Haftklebstoffe bei der Produktion der Muster zum Einsatz.

Ebenso kam es darauf an, auch über diese Arbeit hinaus, die aufgenommenen Daten stets schnell verfügbar zu machen, um neue Problemstellungen anhand der gesammelten Informationen bearbeiten und lösen zu können.



Bei den Betrachtungen wurden dreizehn verschiedene Siliconsysteme und acht Haftklebstoffe miteinander kombiniert und auf ihre Eigenschaften bezüglich gängiger Charakterisierungsmethoden, wie zum Beispiel Abroll- und Abzugskraft, Siliconübertrag, Trennkraft, Siliconauftrag, Haft- und Gleitreibung, Reißdehnung, Strukturanalyse und Biegesteifigkeit untersucht.

Insgesamt wurde gezeigt, dass bei der Auswahl eines Trennmaterials alle Einflussparameter des Silicons und dazu die Wechselwirkungen zum Haftklebstoff genau bedacht werden müssen, um eine problemlose Herstellung von Klebebändern und anschließende Verarbeitung erfüllen zu können.

Man kann jedoch für nahezu jedes Anwendungsprofil eine geeignete Kombination wählen, die sich in ihren Eigenschaften genau einstellen lässt.

Durch die erstellte Datenbank lassen sich auch zukünftig Vergleiche bezüglich der Leistungsfähigkeit der verschiedenen Trennmateriale-Haftklebstoff-Kombinationen anstellen, was eine schnellere Trennmateriale-Auswahl ermöglichen soll.

Diplomand:
Matthias Donner
Theodor-Körner Str. 8
23774 Heiligenhafen

Ort der Diplomarbeit:

tesa AG
Quickbornstr. 24
20253 Hamburg

Firmen-Betreuer:
Dr. O. Görbig

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Bench Top Bitumen

Froth Treatment Study

Diese Diplomarbeit ist eine Grundlage für weiterführende Versuche, um günstige Prozessbedingungen bezogen auf die Erzqualität zu definieren.

Im Norden der Kanadischen Provinz Alberta gibt es ein großes Erdölvorkommen. Es handelt sich um ein im Vergleich zu anderen Erdölvorkommen, zum Beispiel im Mittleren Osten, sehr schweres Rohöl: ein natürliches Bitumen, das in einer Sand-Reservoir zu finden ist. Dieser erdöhlältige Sand, auch Oil Sand genannt, besteht zu 80 bis 90% aus fester Materie. Er liegt nahe unter der Erdoberfläche und kann mit Schaufelbaggern gefördert werden. Das Bitumen wird standardmäßig in zwei Schritten von dem Sand getrennt und dann raffiniert.

Im ersten Schritt wird der größte Teil des Sandes von der geförderten Masse abgetrennt. Das Erz wird zuerst mit Wasser und chemische Hilfsmitteln vermischt, aufgeheizt und gelüftet. Dann wird die Mischung kontinuierlich einem Kessel zugeführt, wo der Sand und das Wasser sich absetzen, und das belüftete Bitumen aufsteigt. Bei diesem Vorgang entsteht ein Schaum, der sich nach der Entlüftung aus 60% Bitumen, 30% Wasser und 10% fester Materie zusammensetzt.

Im zweiten Schritt wird der Schaum aufbereitet, um die feste Bestandteile und das Wasser vollständig abzutrennen. Der Schaum wird mit einem organischen Lösemittel verdünnt, damit von dieser Mischung eine gelöste Bitumenphase durch Zentrifugieren oder einer drei-stufigen Sedimentation abgetrennt werden kann. Die entstehende Bitumenphase ist frei von Wasser and Feststoff. Schließlich wird das Lösemittel in einem Verdampfer von dem Bitumen abgetrennt. Das so gewonnene Bitumen kann der Raffination zugeführt werden.

Standardverfahren zur Schaumaufbereitung ist das Syncrude-Verfahren auf der Basis des Zentrifugierens. Es ist ein kostenintensiver Prozess, der bei hoher Temperatur durchgeführt wird. Nachteil dieses Verfahrens ist auch ein Wasserrückstand im Bitumen. Das andere Verfahren ist das Albion-Verfahren, das auf der drei-stufigen Sedimentation basiert. Wie das Standardverfahren, erfordert es eine hohe Temperatur. Bei diesem Prozess entsteht trockenes Bitumen. Bei beiden Methoden kommt außerdem ein besonderes Lösemittel für die Verdünnung des Schaums zum Einsatz.

In der vorliegenden Arbeit wurde Laborverfahren zur Aufbereitung des Schaums weiter entwickelt und der Einfluss der Temperatur ermittelt. Dabei wurden auch unterschiedliche Mengen an Lösemittel eingesetzt. Als Rohstoff für die Laborarbeiten diente ein besonders ölhaltiger Sand. Das Verfahren zur Abtrennung des größten Teils des Sandes zur Bildung des Bitumen-Schaums wurde damit auch im Labor durchgeführt.

Bei den Versuchen zur Schaumaufbereitung wurden bei niedrigen Temperaturen ähnliche Ergebnisse erzielt wie bei der hohen Temperatur. Die Anwendung des Syncrude-Verfahrens ergab im Vergleich zum Albion-Verfahren eine höhere Ausbeute an Bitumen und benötigte eine kleinere Lösemittel Menge. Wie erwartet, verblieben allerdings kleine Wassermengen im Bitumen. Dagegen wurde bei der Anwendung des Albion-Verfahrens das Wasser vollständig von dem Öl abgetrennt. Nachteilig wirken sich hier aber die Notwendigkeit eines mehrstufigen Prozesses aus.



*Diplomandin:
Laure Dormia
536 Ave Justice
34090 Montpellier
Frankreich*

Ort der Diplomarbeit:

***University of Calgary
Faculty of Engineering
2500 University Drive NW
Calgary Alberta T2N
CANADA***

*Firmenbetreuer:
Prof. Dr. Harvey Yarranton*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan*

***Methodenvergleich und Validierung
in der Probenvorbereitung pestizider Abwässer
mittels Festphasenextraktion und HPLC-Analytik***

Nach LAWA, der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser für die Qualitätssicherung bei Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung, müssen Wiederfindungsraten für Pestizide zwischen 80 und 110 % liegen.

In dieser Arbeit sollte im ersten Teil die bestehende Labormethode für die Festphasenextraktion pestizider Wässer hinsichtlich der LAWA-Richtlinien validiert werden.

Es wurden dazu die Parameter pH-Wert, Aussalzeffekt und Festphasenmaterial überprüft. Im zweiten Teil dieser Arbeit wurde die validierte Labormethode mit der DIN EN ISO 11369 F12 nach der DIN-Vorschrift DIN 38402 A71 auf ihre Gleichwertigkeit untersucht.

Der wesentliche Unterschied beider Methoden besteht darin, dass die Labormethode als Sorbens SDB (Styroldivinylbenzol) und einen gemeinsamen pH-Wert für alle neutralen und sauren Pestizide benutzt, während die DIN-Methode zwischen *sauren* (pH-Wert 2,0) und *neutralen* (pH-Wert 6-8) Pflanzenschutzmitteln unterscheidet.

Darüber hinaus wird ein RP C-18-Material als Sorbens verwendet. Für die Messungen wurden 500 mL pestiziddotierte Wasserproben eingesetzt, wobei in der Validierung aqua dest. und im Methodenvergleich Trinkwasser Verwendung fanden.

Für die Labormethode konnte in der Validierung der schon vorher eingestellte pH-Wert von 3,5 bestätigt werden. Das Aussalzen mit Natriumchlorid brachte keine wesentliche Verbesserung der WFR. Das Festphasenmaterial CHROMA-BOND Easy zeigte nur Verbesserungen für neutrale Pestizide. Die sauren Pestizide ließen sich dagegen kaum nachweisen. Die Labor-methode konnte bezüglich der Wiederfindungsraten nicht verbessert werden.

Im Methodenvergleich nach DIN 38402 A71 konnte bestätigt werden, dass beide Methoden gleichwertig sind. Nach diesem Vergleich darf die DIN-Methode für die Probenvorbereitung pestizider Wasserproben herangezogen werden. Es muss aber darauf hingewiesen werden, dass sich der Methodenvergleich aus Zeitgründen nur auf den Screen A (neutrale Pestizide) beschränken konnte.

Die Beurteilung der Gleichwertigkeit beider Methoden ist deshalb nur eingeschränkt möglich. Außerdem müssen die Messwerte aus der Methodvalidierung mit Abstand betrachtet werden, da im Methodenvergleich die validierte Methode wesentlich bessere Messwerte für die WFR zeigte. Der Grund kann im verwendeten HPLC-System selbst liegen. Für die Validierung und beim Methodenvergleich wurde für die neutralen Pestizide aus technischen Gründen an zwei HPLC-Anlagen gearbeitet. Für saure Pestizide stand ein drittes HPLC-System zur Verfügung.



Diplomand:

Pascal-Antoin Ducardus

Ort der Diplomarbeit:

**Chemisches Laboratorium Dr. Weßling
Oststraße 7
48341 Altenberge**

Firmen-Betreuer:

Dipl.-Ing. Michael Eissing

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Günter Lieck

*Polyesterole für den
hydrolysebeständigeren
PUR Blockweichschaum*

Ziel dieser Diplomarbeit war die Herstellung von Polyesterolen für einen PUR-Blockweichschaum entsprechend der Daimler-Benz-Norm.

Diese Norm fordert von einem Blockweichschaum bestimmte mechanische Eigenschaften (vor und nach einer Feuchtwärmelagerung, FWL), die der jetzige Schaum auf Basis des Standardpolyesterols Lupraphen 8149 (kurz: L8149) z.T. nicht erfüllt.

Lupraphen 8149 besteht aus Adipinsäure (ADS), Diethylenglycol (DEG) und Trimethylolpropan (TMP). Es besitzt eine Funktionalität f von 2,6. Die Säurezahl (SZ) ist mit $< 1,6$ mg KOH/g und die Hydroxylzahl (OHZ) mit 59 mg KOH/g angegeben. Die Viskosität bei 25 °C beträgt 21650 mPas.

Dieses Produkt besitzt durch die Diethylenglycoleinheit eine flexible und ebenso hydrophile Struktur. Dies begünstigt die Wasseraufnahme des Schaums.

Um die Daimler-Benz-Norm zu erfüllen, kann man an verschiedenen Stellen ansetzen:

- Verwendung von weniger hydrophilen Diolen statt des DEG
- Modifikation des Isocyanats
- Betrachtung der Phänomene an der Grenzfläche von Hart- und Weichphase, insbesondere partielle Löslichkeit der Hartphase bei höherer Temperatur und erhöhtem Wassergehalt
- Wasseraufnahme und Weichmachung der Hartphase bei der FWL

In dieser Diplomarbeit wurde der zuerst genannte Ansatzpunkt gewählt, d.h. das DEG wurde ganz oder teilweise durch weniger hydrophile Diole ersetzt. In Anlehnung an L 8149 sollte das Zielfenster für die OHZ 50-60 mg KOH/g betragen, die Viskosität des Polyesterols sollte bei ca. 20000 mPas liegen.

Insgesamt wurden 37 Polyesterole im KT-Labor der FH hergestellt, zum großen Teil enthielten sie binäre Diolmischungen.

Die Verschäumung der Polyesterole erfolgte im Labor der Elastogran in Lemförde. Zunächst wurden Vorversuche im Becher durchgeführt. Waren diese erfolgreich, wurden sogenannte Handschäume (Grundfläche: 400 × 400 mm) hergestellt, für die 1 kg Polyesterol benötigt wurde.

Zur Charakterisierung der PUR-Weichschäume wurden vor der Feuchtwärmelagerung Raumgewicht, Eindruckhärte, Stauchhärte, Druckverformungsrest, Zugfestigkeit, Bruchdehnung, Luftdurchlässigkeit und Rückprallelastizität bestimmt. Nach der FWL (drei Zyklen von je 5 Stunden bei 120 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 95 %, mit einer anschließenden Trocknung für mindestens 3 Stunden bei 70 °C) wurden Stauchhärte, Druckverformungsrest, Zugfestigkeit und Bruchdehnung gemessen.



*Diplomandin:
Heidi Engling
Fasanenweg 11
26897 Hilkenbrook*

Ort der Diplomarbeit:

Elastogran GmbH
49440 Lemförde

*Firmen-Betreuer:
Dr. Stephan Bauer*

KT-Labor FH-Münster
48565 Steinfurt

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz*

Präparation und Charakterisierung dotierter Sialone

Mit der Entwicklung effizient blau-emittierender Leuchtdioden ist auch die Fertigung von LEDs mit dem Emissionsspektrum weißen Lichts möglich geworden.

Dazu wird die „blaue LED“ mit einem Leuchtstoff kombiniert, der einen Teil des blauen Primärlichts absorbiert und gelbes Licht emittiert.

Die additive Farbmischung des unvollständig absorbierten blauen Lichts und der gelben Konversionsstrahlung des Leuchtstoffes vermitteln dabei den weißen Farbeindruck. Die Synthese und Charakterisierung von Leuchtstoffen für diese Anwendung ist Thema meiner Diplomarbeit.

Die Synthese des europiumdotierten Leuchtstoffs verläuft bei Temperaturen ab 1500°C über Festkörperreaktion. Die Herstellung gestaltete sich insgesamt schwieriger als erwartet. Auch durch Variation der experimentellen Parameter, wie Ausgangssubstanzen und Glühbedingungen, gelang es nicht, die Verbindung phasenrein herzustellen. Der Anteil an Fremdphasen war durch Mehrfachglühungen lediglich zu reduzieren.

Eine Grundvoraussetzung für einen LED-Leuchtstoff ist dessen Anregbarkeit mit dem Licht der entsprechenden Leuchtdiode. Die synthetisierte Verbindung zeigt eine gute Anregbarkeit im nahen UV-Bereich, die Anregbarkeit mit blauem Licht ist für die Anwendung jedoch nicht ausreichend.

Die Emissionswellenlänge macht die Verbindung als LED-Leuchtstoff interessant, wobei die Effizienz der Lumineszenz allerdings zu gering ist. Für den Leuchtstoff wurden Quantenausbeuten nicht über 50% gemessen, wohingegen gute Leuchtstoffe eine Quantenausbeute von über 70% aufweisen. Damit ist die Verbindung als Leuchtstoff nur bedingt geeignet.

Das Temperaturlöschverhalten des Leuchtstoffs ist akzeptabel. Für Temperaturen, wie sie in LEDs auftreten, wurden Einbußen bei der Emission zwischen 9 und 13%, im Verhältnis zur Intensität bei 20°C, gemessen. Der Rückgang liegt damit in der Größenordnung anderer LED-Leuchtstoffe.

Die thermisch-oxidative Stabilität des Systems erwies sich als ausgezeichnet. Unter Versuchsbedingungen zeigte sich keine Schädigung des Leuchtstoffs durch Temperatureinwirkung oder Oxidation.

Zusammengefasst machen die schlechte Beherrschbarkeit der Synthese und die zu niedrige Quantenausbeute die Verbindung als Leuchtstoff für die geschilderte Anwendung unattraktiv. Es ist jedoch nicht auszuschließen, dass durch optimierte Synthesebedingungen die Phasenreinheit und dadurch die optischen Eigenschaften grundsätzlich verbessert werden können.



Diplomand:
Tim Fiedler
Listrupweg 13
48429 Rheine

Ort der Diplomarbeit:

OSRAM
Abt. Development
Phosphors
Hellabrunner Str. 1
81536 München

Firmen-Betreuer:
Dr. Ard Ellens
FH-Betreuer:
Prof. Dr. Ulrich Kynast

Optimierung des Kälteverhaltens von Biodiesel auf Basis von Altspesiefetten

Als Rohstoffe für die Biodieselherstellung werden zur Zeit hauptsächlich vorgereinigte Rapsöle eingesetzt.

Von zunehmenden Interesse ist der Einsatz von vorbehandelten Altspesiefetten als Sekundärrohstoff für die Biodieselherstellung, da sie auf diesem Wege einer sinnvollen Verwertung zugeführt werden können und das Angebot an Rohstoffen für die Biodieselherstellung erhöht werden kann. Biodiesel auf Basis von Altspesiefett hat jedoch den Nachteil das Kälteverhalten negativ zu beeinflussen.

Verantwortlich dafür ist eine veränderte Fettsäureverteilung im Altspesiefettmethylester gegenüber Rapsölmethylester.

Insbesondere ist u. a. ein erhöhter Anteil langkettiger gesättigter Fettsäuremethylester zu beobachten, die aufgrund der höheren Schmelzpunkte beim Abkühlen des Biokraftstoffes auskristallisieren können und zu Leitungs- und Filterverstopfungen beim Einsatz in Dieselmotoren führen können.

Untersucht wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit die Veränderung der Zusammensetzung der Fettsäuremethylester im Biodiesel in Abhängigkeit von der Altspesiefettmethylesterkonzentration und das dadurch beeinflusste Kälteverhalten. Das Kälteverhalten wurde durch den Grenzwert der Filtrierbarkeit (Cold Filter Plugging Point, kurz CFPP) und den Trübungspunkt (Cloud Point, kurz CP) charakterisiert.

Im reinen Altspesiefettmethylester (AME) wurde ein Anstieg der gesättigten hochschmelzenden Methylester um 12,1 Gew.-% beobachtet. Umgekehrt verringerte sich der Anteil ungesättigter niedrighschmelzender Methylester im Vergleich zu reinem Rapsölmethylester (RME) um 13,8 Gew.-%.

Diese Umkehrung in der Zusammensetzung der Methylester bewirkte einen Anstieg des CFPP um 11 °C auf -4 °C in reinem AME. Der Cloud Point stieg von -4,4 °C im 10 %igem AME um 3,8 °C auf -0,6 °C im reinen AME. CFPP und Cloud Point stiegen mit dem AME-Gehalt im Biodiesel linear an.

Für Biodiesel auf der Basis von Altspesiefetten existieren derzeit keine kommerziell erhältlichen Additive zur Verbesserung der Kälteeigenschaften, aufgrund dessen wurden im weiteren Verlauf der Arbeit Untersuchungen durchgeführt, die auch die Kälteeigenschaften von Altspesiefettmethylester verbessern sollten. Ziel dabei war es, den Anteil des Altspesiefettmethylesters im Biodiesel soweit zu maximieren, dass die hierfür entwickelten Additive auch bei dieser Biodieselqualität Wirkung zeigen, mit dem Ergebnis, eine CFPP-Absenkung auf -20 °C zu erreichen.

Von der Deutschen Infineum GmbH wurden für diese Studie 7, aus unterschiedlichen Additivkomponenten zusammengesetzte Additive bereitgestellt. Hieraus wurden durch Variation der einzelnen Komponenten insgesamt 21 Additivmischungen (A0 bis F2) hergestellt. Zunächst wurde das prinzipielle Ansprechverhalten der Additivmischungen experimentell ermittelt. Mit den Additivmischungen B und E wurden die besten CFPP-Werte erreicht.

In einem weiteren Schritt wurde die CFPP-Abhängigkeit von der Additiv-Konzentration untersucht. Der niedrigste CFPP wurde bei einer Additiv-Konzentration von 3000 ppm des Additivs E1 in einer Biodieselmischung aus 80 Vol.-% RME und 20 Vol.-% AME erreicht.

Zuletzt wurde der Einfluss der Altspesiefettmethylesterkonzentration im additvierten Biodiesel untersucht. RME wurde mit AME in Konzentrationen von 5 bis 50 Vol.-% gemischt und jeweils 3000 ppm des Additivs zudosiert.

Entsprechend der unadditvierten Biodieselprouben stieg auch hier der CFPP mit Zunahme des AME-Gehaltes im additvierten Biodiesel linear an. Trotz der Zunahme des AME-Gehaltes im Biodiesel auf 10 Vol.-% konnte bei Additivierung mit dem Additiv E1 der CFPP auf -21 °C gesenkt werden und der in der Biodieselnorm geforderte CFPP-Grenzwert unterschritten werden. Bei einem AME-Gehalt von 20 Vol.-% in der mit dem Additiv E1 additvierten RME-Mischung wurde ein CFPP von $-17,5\text{ °C}$ erreicht.

Ab einer AME-Konzentration von 50 Vol.-% konnte der CFPP durch eine Additivierung nicht mehr gesenkt werden. Bei dieser AME-Konzentration ist die Menge der Wackskristalle gesättigter langkettiger Methylester bei Abkühlung des Kraftstoffes bereits so groß, dass der beabsichtigte Cokristallisationsmechanismus der Additive unwirksam wird.

Sollen also zur Biodieselherstellung neben Rapsölen auch Altspesiefette eingesetzt werden, ist eine Begrenzung des Altspesiefettmethylesters im Biodiesel auf 15 % erforderlich, um eine Winter-tauglichkeit des Kraftstoffes sicherzustellen. Zusätzlich ist eine Additivierung mit dem in Zusammenarbeit mit der Deutschen Infineum GmbH entwickelten Additiv E1 in einer Dosierate von 3000 ppm notwendig.

Werden neben dem CFPP die weiteren Qualitätsmerkmale der Biodieselnorm 51606 berücksichtigt, kann aufgrund der in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse als Übergangsdiesel ein 40 %iger Altspesiefettmethylester mit einem CFPP von -10 °C angeboten werden.

Die im Labormaßstab erhaltenen Ergebnisse zeigen, dass die neu entwickelten Additive im Gegensatz zu den bereits verfügbaren Additiven für Rapsölmethylester, durchaus in der Lage sind, in gewissen Bereichen die Kälteeigenschaften von Altspesiefettmethylestern zu verbessern. Zu berücksichtigen ist allerdings, dass die Ergebnisse auf der Basis von synthetisch hergestellten Altspesiefettmethylestermischungen erhalten wurden, und der Einfluss von Produktionsschwankungen dadurch nicht berücksichtigt wurde.



*Diplomandin:
Stefanie Floth
Rütepol 27
48485 Neuenkirchen*

Ort der Diplomarbeit:

**VITAL Fettrecycling
GmbH & Co. KG
Fürst-zu-
Salm-Salm-Str. 18
46325 Borken-Burlo**

*Firmenbetreuer:
Dr. Martin Haurand*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan*

*Koordination wissenschaftlicher Software
aus den Bereichen
Verfahrenstechnik und Umwelttechnik
verschiedener Forschungseinrichtungen im Internet*

ASP ist eine Komponente, die auf einen bereits existierenden Web-Server installiert wird.

Diese Komponente erstellt Dateien mit der Dateiendung ASP und übermittelt anschließend das Resultat zum Client, der die entsprechende ASP-Datei angefordert hat.

ASP-Entwicklungsumgebungen schließen bereits existierende Investitionen mit ein, damit ist die Erstellung einer Software-Datenbank ohne große Kosten zu bewerkstelligen.

Durch die Verwendung von ASP bleiben die proprietäre Geschäfts-Algorithmen und Informationen geschützt, da die Skripte nur auf dem Server ablaufen und nur die Anfrage-Ergebnisse zum Browser gesendet werden.

Alle E-Commerce-Anwendungen basieren auf einem gemeinsamen Prinzip: Sie speichern und verwalten Daten über Kunden und Verkäufe. Es werden enorme Datenmengen generiert und daher kommt insbesondere der zugrunde liegenden Datenbank große Bedeutung zu. Skalierbarkeit, Sicherheit bei allen Transaktionen, hohe Verarbeitungsgeschwindigkeit und Zuverlässigkeit sind Muss-Kriterien.

SQL-Server eignen sich sowohl für kleine Websites als auch für große Unternehmenssysteme. Die Integration moderner Techniken ist dabei ebenso gewährleistet wie die geforderte Geschwindigkeit, Zuverlässigkeit und Skalierbarkeit.

Durch die Verwendung der Microsoft-Infrastruktur ist es möglich einzelne Schichten –Präsentation, Applikation, Datenbank – sowie einzelne Prozesse auf verschiedenen Speicherbereiche oder sogar eigenen Rechnern zuzuordnen. Aufgrund niedriger Total Cost of Ownership und leichter Bedien- und Programmierbarkeit werden SQL-Server daher in einem breiten Anwendungsspektrum eingesetzt. Falls weitere Zahlungsmethoden mit aufgenommen werden sollen, ist natürlich auch die Umstellung auf sichere Zahlungsvorgänge notwendig. Dazu zählen Kreditkartenzahlungen per Socket Secure Layer oder Verschlüsselungen per Secure Electronic Transaction. Aktuell ist die Zahlung per Nachnahme oder per Rechnung möglich, daher müssen keine sensiblen Daten über das Internet gesendet werden.

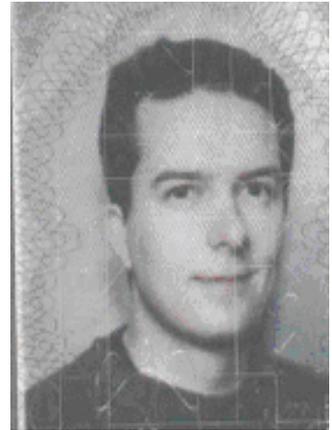
Für die Umsetzung der Website sind noch weitere Aufgaben notwendig. Auf der bestehenden Fachhochschule-Seite sind noch Änderungen vorzunehmen . Auf der Internet-Seite sollten Informationen über die Datenbank mit eingebunden werden. Die Setzung von Hyperlinks ist ebenfalls notwendig, damit potentielle Kunden direkt zur Software-Datenbank wechseln können, ohne sich erst durch den kompletten Internet-Auftritt klicken zu müssen.

Die Hardware muss ebenfalls angepasst werden. Für den Auftritt ist ein eigener Web-Server notwendig. Denn durch die Installation fremder Software, die exklusiv auf dem Computer läuft, hat man praktisch die Kontrolle über das System. Folge wäre Unter Umständen eine Veränderung der Daten durch Dritte.

Als Vorschlag für die Vorgehensweise ist die Errichtung eines Web-Server mit NT-Server oder Windows 2000 Server gedacht. Die Absicherung der Daten durch NTFS-Berechtigungen einschließlich Verzeichnisberechtigungen ist obligatorisch.

Die Anbindung an eine 2 Mbit – Leitung ist ebenfalls zu empfehlen, damit der Datendurchsatz nicht durch die Telefonleitung gebremst wird und Kunden vorzeitig die Seiten verlassen.

Ferner muss die Projekt-Datenbank zum Beispiel auf Microsoft SQL Server umgestellt werden. Erst dadurch wird gewährleistet, das die Daten auf den Internet-Seiten auch einer großen Besucherzahl ausgelegt ist.



Diplomand:
Marcus Fritz
Bremer Str. 29
49155 Münster

Ort der Diplomarbeit:

Fachhochschule Münster
Labor für Umweltchemie
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Peter Dettmann

*Wiederinbetriebnahme einer
Einkristallzuchtungsanlage und Umrüstung
der Anlage von der Saphirproduktion auf
Rutilproduktion*

Das Verneuilverfahren wird seit 100 Jahren zur Herstellung von Saphireinkristallen verwendet.

Weiterentwicklungen der Verneuilanlagen haben dem Verfahren ein breites Spektrum an Produkten eröffnet.

Dieses ist vor allem auf die Verbesserung der Brenner und der Anlagensteuerung zurückzuführen.

Diese Arbeiten wurde an einer Verneuilanlage durchgeführt, die zur Zeit zu den technisch am weitesten entwickelten Anlagen gehört. Die permanente, vollautomatische Steuerung und Kontrolle durch den Computer ermöglicht die Züchtung von Einkristallen in einer Qualität und Länge, die vorher nicht möglich waren.

Zunächst wurden theoretische Überlegungen angestellt, was für die Umstellung der Produktion von Saphireinkristallen auf die Produktion von Rutileinkristallen am Ofenraum verändert werden soll. Es wurde entschieden die Wärmekapazität zu erhöhen. Zusätzlich wurden zur besseren Überwachung der Temperatur im Ofenraum einige Thermoelemente neu in den Ofen eingebaut. Mit diesen Arbeiten war die technische Umrüstung der Anlage abgeschlossen.



Diplomand:
Thomas Hasken
Elbergen 24
48488 Emsbüren

Die weitere Arbeit bestand in der Kontrolle der technischen Systeme der Verneuilanlage. Es wurden die Leitungssysteme der Dampf- und Wasserversorgung auf ihre Funktion geprüft und entsprechend geändert.

Die Kontrolle der elektronischen Systeme führte zur Feststellung einiger Defekte. Ein Teil davon konnte innerhalb der zur Verfügung stehenden Zeit leider nicht mehr repariert werden. Diese Defekte sind im Rahmen dieser Arbeit beschrieben.

Von den wichtigen Steuerparametern wurden Kalibrierkurven aufgenommen, und ausgewertet. Diese Kurven dienen dem Computer als Basis für die Steuerung der Anlage.

Das eigentliche Ziel dieser Diplomarbeit war die Wiederinbetriebnahme der Verneuilanlage.

Da die erforderlichen Arbeiten den zeitlichen Rahmen zu sehr überschritten hätten, beschränkten sich die Arbeiten darauf eine Basis zu bilden auf der die weitere Entwicklung aufbauen kann. Diesem Zweck dienen die umfangreichen Kapitel zur Beschreibung und zur Bedienung der Anlage. Sie sollen für die weitere Entwicklung einen leichten Zugang ermöglichen, und unnötige Arbeit vermeiden helfen.

Ort der Diplomarbeit:

ESCETE BV.
Ir. Schiffstraat 220
7547 RD Enschede
Niederlande

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Peter Droste

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

*Abreicherung von Dichlormethan
und
Chloroform aus einem Prozessabwasser*

Die vorliegende Arbeit umfasst die Erarbeitung einer praktikablen und wirtschaftlichen Methode zur Verringerung der Konzentrationen von Dichlormethan und Chloroform in einem Prozessabwasser, bis hin zur apparativen Zusammenstellung.

Die CKW gelangen überwiegend im Reinigungsschritt der Glovebox und der Geräte einer Zytostatikaherstellung in das Abwasser.

Das Abwasser fällt für industrielle Verhältnisse in geringen Mengen, ca. 1 - 2 m³ pro Jahr, an. Bevor es in das Werksabwasser eingelassen werden darf, sind sekundäre Maßnahmen der Umwelttechnik zu ergreifen. Zur Lösung des Problems wurden Verfahren recherchiert und betrachtet, die prinzipiell eine Trennung von flüssigen Komponenten aus einer flüssigen Phase ermöglichen, wie Membranverfahren, Strippung, Extraktion, Destillation, Adsorption und Tropfkörperverfahren. Außerdem wird die Verbrennung als Entsorgung von Abfällen zur Beseitigung diskutiert.

Membranverfahren sowie die Tropfkörperanlage, Strippung, Destillation und FFE sind zwar prinzipiell einsetzbar, für dieses besondere Problem jedoch mit einem zu großen apparativen Aufwand verbunden und aufgrund des in geringen Mengen anfallenden Abwassers wirtschaftlich nicht zu rechtfertigen. Verfahren, wie die Strippung, Verbrennung und der Grenzschichtverdampfer, eine spezielle Form der Destillation, benötigen als zusätzliches Verfahren die Adsorption, um die freigesetzten CKW nicht in die Atmosphäre gelangen zu lassen. Aus diesem Grunde wurde die Adsorption als eigenständiges Verfahren in Betracht gezogen.

Adsorptionsversuche an Aktivkohle in completely-mixed-batch-Reaktoren (Rührre-aktoren), die Aufnahme der Adsorptionsisothermen nach Freundlich und Abreicherungsversuche mit Festbettadsorbentien zeigen die Effektivität der Adsorption mit Aktivkohle als Adsorbens. In den verschiedenen Versuchstypen wurde gefunden, dass Chloroform der besser zu adsorbierende Stoff ist und dass bei Vorliegen beider Komponenten in einem System, eine Konkurrenz um die Belegung der freien Adsorptionsplätze herrscht. Die konkurrierenden Adsorptionsvorgänge verlaufen zu Gunsten des Chloroforms. Im Gegensatz zu einem Einkomponentensystem wird die Beladung der Kohle dabei verringert. Dieses zeigte sich darin, dass die Adsorptionsisothermen nach Freundlich, einer jeden Komponente, in einem Einkomponentensystem eine höhere Beladung der Aktivkohle erzielen, als bei Vorliegen nebeneinander in einem Zweikomponentensystem.

Als Aktivkohlen wurden eine Pulver- und eine Kornkohle untersucht. Bei den Versuchen stellte sich heraus, dass die teurere Pulverkohle für dieses Problem die effektivere ist. Mit ihr wurden im relevanten Konzentrationsbereich höhere Beladungen erzielt.

Alternativ zur Aktivkohle sind analoge Versuche mit Calciumsilikat als Adsorbens durchgeführt worden. Es ist zwar eine Verringerung der Konzentrationen mit Calciumsilikat möglich, dieses ist jedoch nicht so effektiv, wie eine der Aktivkohlen.

Durch die Zugabe von Schwefelsäure zum noch unbehandelten realem Abwasser, um eventuelle Spuren des Zytostatikums bei einem pH-Wert von 1 zu zerstören, entsteht Schwefelwasserstoff. Dieser wurde den synthetischen Probenwassern nicht zugesetzt. In Versuchen zeigte sich jedoch, dass er eine zusätzliche Senkung der Beladung durch Belegung freier Adsorptionsplätze verursacht. Dennoch stellt die Adsorption an Aktivkohle eine effektive Methode da.

Durch eine Internetrecherche wurde ein Anbieter von preiswerten Wasser-Aktivkohlefiltern gefunden. Der bezogene Aktivkohlefilter stellt einen Druckbehälter aus einem glasfaserverstärktem Polyesterharz dar. Als Adsorbens kommt auf Grund des erheblichen Preisvorteils und der besseren Handhabbarkeit die Kornkohle zum Einsatz. Der Filter ist mit 50 kg dieser Kornkohle zu einem 50 cm hohen Festbett gefüllt und wird vom Abwasser mit einem Volumenstrom von ca. 75 L/h von oben nach unten durchströmt. Erste Einsätze in der Praxis ergaben gute Ergebnisse, so dass das bisher angefallene Abwasser zur Einleitung in das Werksabwasser freigegeben werden konnte.



Diplomand:
Steffen Heitmann
Woort 35
48356 Nordwalde

Ort der Diplomarbeit:

W.C. Heraeus
GmbH & Co.
Abt. CHD-CP-EP
Heraeusstr. 12 - 14
63450 Hanau

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Gerald Haas

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Peter Dettmann

*Untersuchung von Abwässern einer
Fettsäureproduktion-Entwicklung
von Behandlungs- und Recyclingkonzepten
für Teilströme*

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden die Abwasserströme der Fettsäureproduktion der Akzo Nobel Chemicals GmbH in Emmerich genauer untersucht.

Hierbei galt es die Schadstofffrachten differenziert nach einzelnen Anlagen zu erfassen und auf Grundlage dieser Ergebnisse Behandlungsmöglichkeiten für die Abwässer zu untersuchen.

Ziel ist es möglichst durch Optimierung von Prozessschritten und –parametern die Schadstofffracht zu senken, so dass auf teure, nachgeschaltete Reinigungsschritte verzichtet werden kann.

Die Abwässer sind im wesentlichen mit Fettsäuren und Sulfat mit schwankenden Konzentrationen belastet. Die CSB-Untersuchung der Abwasserströme zeigt deutlich die Produktabhängigkeit der Schadstofffracht. Die teilweise recht starken Schwankungen innerhalb einer verarbeiteten Kampagne können anhand der Anlagenparameter nicht sicher erklärt werden.

Für die Behandlung des Abwassers ist somit eine nachgeschaltete Behandlung notwendig. Für die Destillationsanlagen könnten hierzu nachgeschaltete Kältefallen zum Einsatz kommen, die die Fettsäuren vollständig kondensieren können. Für das Gesamtabwasser ist auch die Verbesserung der vorhandenen Abscheidetechnik sinnvoll. Durch Nachrüsten von Koaleszenzhilfen sind deutliche Verbesserungen und Einsparungen von Kosten möglich.

Die Wirkung einer entsprechenden Anordnung ist vorab durch eine Pilotanlage zu ermitteln.

Auf weitergehende Untersuchung der Methoden zur CSB-Reduzierung im Abwasser wurde in dieser Arbeit zu Gunsten der Sulfatreduzierung verzichtet.

Die hohen Sulfatkonzentrationen im Abwasser führen zum Nichteinhalten des durch die Abwassersatzung geforderten Grenzwertes und können Schäden im Abwassersystem hervorrufen, für welche die Firma haftbar gemacht werden kann. Es besteht daher Interesse die Sulfatkonzentration im Abwasser deutlich zu reduzieren.

Als Haupteintragsquelle für Sulfat konnte die für die Seifenspaltung eingesetzte Schwefelsäure ausgemacht werden. Da so nur ein Prozess betroffen ist, bietet sich die Integration eines Behandlungsverfahren in diesen an. Dadurch kann die Behandlung bei höheren Sulfatkonzentrationen durchgeführt werden und die zu behandelnde Wassermenge bleibt klein. Ein neues Verfahren sollte die Stoffverwertung der Entsorgung vorziehen. Einige Beispiele sind aufgezeigt worden.

Eine Abtrennung des Sulfates aus dem Abwasser ist nach dem heutigen Stand der Technik möglich. Es gibt hierzu verschiedene Ansätze und Verfahren. Problematisch sind die hohen Betriebs- und Investitionskosten Kosten der Anlagen. Sie lassen die Anlagen bei den derzeitigen Rahmenbedingungen nur schwer wirtschaftlich arbeiten. Werden sich in Zukunft die Vorschriften im Umweltbereich verschärfen wird auch die Akzeptanz zur Nachschaltung einer Behandlungsstufe sich erhöhen.



*Diplomand:
Tobias Hilker
Probst-Böckler-Str. 7
59581 Warstein*

Ort der Diplomarbeit:

**Akzo Nobel
Chemicals GmbH
Industriestr. 10
46446 Emmerich**

*Firmen-Betreuer:
Herrn Dipl.-Ing. T. Müntel*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan*

*Entwicklung eines
geruchsfreien VU-Harzes
für die Kanalrohrsanierung*

Ziel der Arbeit war die Entwicklung eines styrolfreien und möglichst geruchsarmen Reaktionsharzes für die Kanalrohrsanierung, das die heute verwendeten, styrolhaltigen UP-Harze ersetzen kann.

In der Diplomarbeit wurden Urethan-Methacrylat-Harze (VU-Harze) hergestellt und entwickelt.

Zunächst wurde ein Screening mit 50 Harzen durchgeführt, wobei das Harz Lupranat MI, HPMA, einen der 10 Kettenverlängerer (KV, hier: Diole) und einen der 5 Reaktivverdünner (RV, hier: Methacrylatderivate) enthält. Von allen hergestellten Harzen wurde die Viskosität, die Reaktivität, der E-Modul und die maximale Kraft bestimmt. Außerdem wurde von ausgewählten Harzen die Glasstemperatur mittels DSC gemessen. Folgende Mindestanforderungen sollten erfüllt werden:

- Viskosität ≤ 1000 mPas (25 °C).
- Härungszeit ≤ 10 Minuten mit gängigem Reaktivitätstest bei 80 °C.
- E-Modul ≥ 2000 N/mm² (unverstärktes Duomer).

Am erfolgsversprechendsten erwiesen sich, nach Durchführung des Screenings die Reaktivverdünner TRGDMA und THFMA. IBOMA liefert Harze mit sehr hohen Viskositäten, ETMA führt zu weichen Duomeren. Beim 1,3 BDDMA liegen Viskositäten und Härungszeiten zu hoch, so dass diese Harze nicht in die engere Auswahl kommen.



Gut hingegen sind die mechanischen Eigenschaften einiger 1,3 BDDMA-Duromere. THFMA liefert Harze mit besonders geringe Viskosität.

Besonders geeignet sind die Kettenverlängerer TPG und HPN, da sie kurze Härtingszeiten ermöglichen. Auch Lupranol 1000, 1100, 1200 erlauben kurze Härtingszeiten, führen jedoch zu weichen Duromeren. Die kürzeren bzw. steiferen Kettenverlängerer (BD 1,3 und NPG bzw. TCD-DM und Dianol 22) führen zu längeren Härtingszeiten.

Nach Auswertung des Screenings wurden RV-Mischungen aus SRGDMA (fast geruchfrei) und THFMA (mäßiger Geruch) und den beiden Kettenverlängerer HPN und TPG hergestellt. Die besten mechanischen Werte können mit einer RV-Mischung von 40 gew.-% THFMA und 10 Gew.-% TRGDMA bzw. einer RV-Mischung aus 30 Gew.-% THFMA und 20 Gew.-% TRGDMA erreicht werden.

Ebenfalls erfolgversprechend sind Harze aus einer Mischung der beiden Reaktivverdünner TRGDMA/THFMA (40 Gew.-% : 10 Gew.-%) sowie der Kettenverlängerer Dianol 22 und TPG. Besonders gute E-Module hatte das Harz, das 0,75 mol TPG und 0,25 mol Dianol 22 als KV enthielt (2500N/mm²). Dianol 22 wurde gewählt, weil es als Bisphenol-A-Derivat die chemische Beständigkeit und die Zähigkeit des Duromers deutlich verbessern kann.

Diplomand:
Andreas Löbber
Leeser Esch 10
48249 Dülmen

Ort der Diplomarbeit:

Saertex multiCom GmbH
Brochterbecker Damm 52
48369 Saerbeck

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Manfred Boyer

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

*Untersuchungen zur Verfahrensentwicklung
für die Herstellung von
wasserdampfaktivierten Aktivkohlen*

Mit Hilfe der im Technikum des Fraunhofer Umsicht durchgeführten Versuche konnten wichtige Tendenzen der Produkteigenschaften von Aktivkohle, hergestellt aus Holzkohle und Melasse, beschrieben werden.

Aus Formlingen, bestehend aus 63 Gew.-% Holzkohle und 37 Gew.-% Melasse, konnten bei Aktivierungstemperaturen von 900 bis 925 °C Aktivkohlen mit spezifischen Oberflächen von 1100 – 1400 m²/g hergestellt werden.

Es zeigte sich, dass der Wärmeeintrag und die Durchmischung der Formlinge im Ofen wichtige Einflussgrößen bei der Herstellung der Aktivkohlen sind. Ein direkter Kontakt der Formlinge mit der Innenwand des Ofens und eine Durchmischung mit zusätzlichen Einbauten stellte sich als Voraussetzung für die Durchführung reproduzierbarer Versuche heraus.

Die Ausbeute zeigte eine deutliche Abhängigkeit von der Aktivierungsdauer.



Diplomand:
Karl Meller
Paßmannstr. 39
48454 Witten

Zu lange Zeiten führen zu einem unerwünschten Abbau des Produktes. Neben dem Aufbau des Drehrohrofens wurde auch die Dosierung des Wassers durch Dampfeinspeisung und die Behandlung des Abgases durch eine thermische Nachverbrennung im Prozess verbessert.

Im Januar 2002 wird ein weiterer Drehrohrofen in die bestehende Anlage installiert.

Dieser soll es ermöglichen können im täglichen Wechsel Versuche durchzuführen. Der Aufbau des zweiten Drehrohrofens wird hinsichtlich der heißen Zone (Einbauten, Volumen des Ofens) dem ersten Ofen entsprechen, um die durchgeführten Versuche miteinander vergleichen zu können.

In weiteren Versuchsreihen sollen dann die Produkteigenschaften weiter verbessert werden.

Ort der Diplomarbeit:

Fraunhofer Institut
Umwelt, Sicherheit und
Energietechnik
UMSICHT
Osterfelder Str. 3
46047 Oberhausen

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Christian Horn

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan

Herstellung und magnetische

Eigenschaften von



Im Rahmen dieser Diplomarbeit soll die Substituierbarkeit von Mangan gegen Ruthenium in der Ruddlesden-Popper-Phase $(Ln,A)_3Mn_2O_7$ (für $n = 2$) untersucht werden.

Dabei wurde von der Zusammensetzung $La_{1,2}Sr_{1,8}Mn_2O_7$ ausgegangen.

Die zu den Ruddlesden-Popper-Phasen gehörenden Seltenerdenmanganate mit der allgemeinen Formel $(Ln,A)_{n+1}Mn_nO_{3n+1}$ besitzen den Effekt des Magnetowiderstandes. An dem Magnetowiderstand sind die Metall-Isolator-Übergangstemperatur, der davon abhängige Ohmsche Widerstand, die Curie-Temperatur und die davon abhängige Magnetisierung beteiligt. Um den Magnetowiderstand zu verbessern und zu erhöhen, kann eine andere Ruddlesden-Popper-Phase gewählt werden.

Die Aufgabe der Diplomarbeit war die Präparationsbedingungen zur Herstellung keramischer Materialien aufzuzeigen. Im Falle der Substituierbarkeit von Mangan durch Ruthenium waren erste Untersuchungen der magnetischen Eigenschaften vorgesehen.

Eine weitere Aufgabe war die Bedingungen und die Einstellungen am Spiegelofen so einzustellen, dass aus rutheniumfreien und rutheniumhaltigen Keramiken Einkristalle in Form von Stäben gezüchtet werden konnten.

Die Präparation von $\text{La}_{1,2}\text{Sr}_{1,8}\text{Mn}_{2-z}\text{Ru}_z\text{O}_7$ an Luft führte bei $z = 0.05, 0.1, 0.2$ und 0.5 zu phasenreinen Keramiken. Je höher der Substitutionsgrad desto höher mußte die Sintertemperatur eingestellt werden, um eine phasenreine Zweischichtstruktur zu erhalten.

Da sich unter Umgebungsluft bei $z = 0.75$ und 1.0 keine phasenreine Keramiken herstellen ließen wurde versucht phasenreine Proben unter reduziertem Sauerstoffpartialdruck herzustellen, was dazu führte, daß metallisches Ruthenium als Kristalle aus den Proben herauswuchsen.

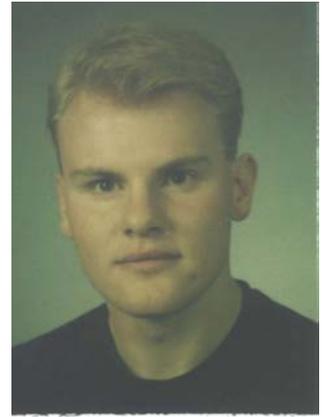
In den phasenreinen Keramiken wurde das Ruthenium in die Struktur eingebaut. Die Curie-Temperatur ist bei $z = 0.0$ und 0.05 um $120,5\text{K}$. Bei $z = 0.2$ steigt sie auf $160,4\text{K}$ an und bleibt ab dort konstant.

Die Kristallzüchtung im Spiegelofen unter Umgebungsluft führte zu Stäben in denen einige Kristalle mit unterschiedlichen Orientierungen sich herausgebildet hatten. Bei der Züchtung von rutheniumhaltigen Kristallen kam es zu starken Abdampfungen von Rutheniumoxid.

Alle Kristalle haben die Zweischichtphase in der Form $\text{La}_{1,2}\text{Sr}_{1,8}\text{Mn}_2\text{O}_7$ als Hauptphase. Die Existenz von Fremdphasen wurde nicht festgestellt.

Mit der Durchführung mehrerer Sinterexperimente kann die richtige Sintertemperatur und der Sauerstoffpartialdruck gefunden werden, bei der Keramiken mit Rutheniumsubstitutionsgraden von $z = 0.75$ und 1.0 phasenrein dargestellt werden können.

Um Abdampfungen von Ruthenium während der Kristallzüchtung zu verhindern wurde ein höherer Druck der Gasatmosphäre im Innern des Spiegelofens erzeugt, allerdings nur mit geringem Erfolg.



*Diplomand:
Steven Nagel
Im Grunde 4
31711 Lutzen*

Ort der Diplomarbeit:

***IFW Institut für
Festkörper- und
Werkstoffforschung
Helmholtzstr. 20
01069 Dresden***

Firmenbetreuer:

Dr. Krabbes

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Horst Altenburg

Erzeugung von Wasserstoff aus Biomassen

Ziel dieser Arbeit war es ein Konzept zu entwickeln, mit dem es möglich wird, einen höheren technischen Nutzungsgrad der aus Biomasse gewonnenen chemischen Energie in Form von Biogas im Vergleich zu der bestehenden Anlagenkonfiguration zu erreichen.

Hierzu wurde die Anlage in ihrer Form und Bestand aufgenommen.

Aus der Kenntnis aller Stoff- und Wärmeströme der bestehenden Biogasanlage (BHKW, Fermenter; Nachgärer, Hygienisierung, Externe Wärmeabnehmer) wurden diese auf ihre Eigenschaften in Form von Temperatur, Druck, transportierten Medium und Volumenstrom untersucht.

Aus diesen Kennzahlen heraus konnte eine erste Gesamtbilanzierung der bestehenden Anlagenkonfiguration erstellt werden. Diese Gesamtbilanz stellt eine Ausgangsbasis für den Vergleich mit möglichen Anlagenkonzepten dar, die in den nachfolgenden Kapiteln dieser Arbeit recherchiert und diskutiert werden. Es wird zur besseren Beurteilung der technisch nutzbaren Energie das Instrument der Exergie- und Anergiebilanzierung herangezogen.

Als ein mögliches Anlagenkonzept wird die Erzeugung von Wasserstoff als Energieträger angesehen, der mehr und mehr durch die Automobilindustrie mit ihren brennstoffzellenbetriebenen Fahrzeugen in den Vordergrund rückt. In den folgenden Kapiteln wird auf die Wasserstoffherzeugung, für die Anwendung in der Anlagenkonfiguration selbst, wie auch für externe Anwendungen eingegangen.

Durch die noch fehlende Wasserstoff-Infrastruktur wird eine Anlagenkonfiguration benötigt, die den erzeugten Wasserstoff verwerten kann. Hier kommen stationär betriebene Brennstoffzellen mit elektrischen Leistungen über 200 kW in Betracht. Es wird verstärkt auf die am Markt schon verfügbaren, bzw. in Kürze in den Markt eintretenden Brennstoffzellen eingegangen, wobei auch das thermodynamische Verhalten einer Schmelzkarbonat-Brennstoffzelle (MCFC) für weitere Energiebilanzen andiskutiert wird.

Die Arbeit schließt mit einer Exergiebilanz für die neue Anlagenkonfiguration ab. Die Bilanz zeigt ganz deutlich, wie überlegen die direkte Energiewandlung mit einer MCFC gegenüber einem Gasmotor ist. Dies stellt auch das Ergebnis dieser Diplomarbeit dar, wobei dann nur noch die Frage der tatsächlichen Investitionskosten für eine solche Schmelzkarbonat-Brennstoffzelle zu klären ist.

Das erste Ziel sollte sein, dass dargestellte Brennstoffzellenkonzept in Form einer Pilot- bzw. Demonstrationsanlage zur realisieren. Diese Arbeit kann in diesem Zusammenhang dazu dienen, Fördermittel, Risikokapital und/oder zinsgünstige Darlehen einzuwerben, um das Projekt wirtschaftlich positiv darzustellen.

Interesse sollte insbesondere durch den Vergleich der Exergieströme des BHKWs und der neuen Brennstoffzellentechnologie geweckt werden, da sehr schnell deutlich wird, wie überlegen die direkte Energiewandlung gegenüber den herkömmlichen Verfahren ist. Es lässt sich mit der MCFC fast die doppelte Menge an mechanischer Arbeit in Form von Strom gewinnen. Auch der fast doppelte Exergiegehalt bei halber ausgekoppelter Wärmemenge bietet viel bessere Voraussetzungen, die Wärme effektiver zu nutzen.

Zunächst jedoch müssen Kontakte zu den Herstellern und zu den einschlägigen Fördereinrichtungen aufgebaut werden. Zudem ist abzuklären, ob ähnliche Planungen bereits in Anträge umgesetzt worden sind. Unnötiger Aufwand in Richtung eines Demonstrationsprojekt ließe sich so vermeiden.

Das Projekt sollte aus technischer und planerischer Sicht innerhalb von zwei Jahren realisierbar sein. Eine zügige Realisierung dient dabei sowohl der Kostensenkung, als auch der Fortentwicklung der Brennstoffzellentechnologie. Schließlich gilt es, möglichst schnell viele Erfahrungen zu sammeln, um die Anlagenkonfiguration zu optimieren. Lässt sich eine Demonstrationsanlage nicht realisieren, so ist die Markteinführung abzuwarten. Dabei sollten im Vorfeld für diese zukunftsweisende Technologie schon erste Planungen wie z.B. Genehmigungen, Finanzierungs- und Förderungsmöglichkeiten eingeleitet werden. Auf diese Weise könnte die Biogasverwertung frühzeitig auf diese neue Technologie umgestellt werden.

Neben dem kommerziellen Betrieb der Anlage eröffnet sich für den Betreiber ein weiteres Geschäftsfeld im Vertrieb des Anlagenkonzeptes. Die fachliche Beratung anderer Biogasanlagenbetreiber, aber auch einzelner Hersteller oder Zulieferer bietet ebenfalls interessante Möglichkeiten für eine kommerzielle Umsetzung der erworbenen Kenntnisse.

Ein solches Pilotprojekt sollte nicht auf Grund zu hoher Investitionskosten scheitern. Der Erfahrungsgewinn und damit verbundene Wissensvorsprung bietet mittelfristig bedeutende kommerzielle Chancen auf dem Gebiet der dezentralen Energieversorgung, wie auch auf dem Gebiet der Energiegewinnung aus regenerativen Energien als solches. Auf diesem Weg kann mittelständischen Unternehmen der Einstieg in eine zukünftige Wasserstoffwirtschaft gelingen.



Diplomand:
Sven Nefigmann
Hollich 79
48565 Steinfurt

Ort der Diplomarbeit:

Biogasgemeinschafts-
anlage Hoxfeld
Bernd Garvert
Garvertsweg 2
46325 Borken

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Klaus Herschke

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Peter Dettmann

*Untersuchung der Wirkungsweise
von Verarbeitungshilfsmitteln in
Thermoplastischen Elastomeren (TPE)*

Im Rahmen dieser Diplomarbeit soll die Wirkungsweise von neuen und bekannten Verarbeitungshilfsmitteln in thermoplastischen Elastomeren untersucht werden.

In dieser Diplomarbeit wurden 16 Verarbeitungshilfsmittel mit insgesamt 30 Variationen getestet.

Für die Herstellung der Proben wurden Extruder, Granulator und Spritzgussmaschine benutzt.

Die Eigenschaften der Prüfkörper wurden mit Hilfe der Zugprüfmaschine, des Dickenmessgerätes, des Härtemessgerätes und des Widerstandsmessgerätes gemessen.

Für die Oberflächenbeurteilung wurden in Anlehnung an DIN 53 375 eine neue Methode entwickelt.



Diplomand:
Dominik Oramus
Blosweg 12
22111 Hamburg

Ort der Diplomarbeit:

Struktol AG
Schill + Seilacher
Moorfleeterstr. 28
22113 Hamburg

Firmenbetreuer:
Dr. R. Galle-Gutbrecht

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

Es wurde eine Verbesserung der Verarbeitungsparameter, der Montierbarkeit und der Haftung erreicht.

Durch diese Diplomarbeit wurden Grundlagen eines neuen Bereiches für die Firma entwickelt. Die Palette von Verarbeitungshilfsmitteln ist sehr breit.

Nach den Ergebnissen dieser Arbeit scheint es sinnvoll zu sein, weitere Wirkstoffe zu prüfen.

Heat Aging of Amorphous PET

Free Volume Relaxation of

Extruded PET Sheets

I have written my final thesis project in cooperation with KAMA Corp. in Hazleton, PA.. KAMA Corp. is one of the biggest extrusion companies in the USA. Their main products are PS (Polystyrene), PET (Polyethylenterephthalate), HIPS (High Impact Polystyrene), PE (Polyethylene) and PP (Polypropylene).

At KAMA I have worked in the research department together with Mr. Keith Yanuzzi (Project Manager R&D) and Mr. Mike Duff (Director R&D Engineering).-

The task for my project was the investigation of the heat aging behavior of PET. The tested material were extruded amorphous PET sheets. These sheets were manufactured on my own in order to have "fresh" material.

This test became necessary, because it was observed that extruded PET-sheet becomes brittle during storage in higher temperatures. These temperatures of to 60°C are easily reached during the storage in warehouses or during transportation on a truck-trailer, especially in hot areas. The question was: What happens to the PET during storage?

There are three possibilities why the plastic becomes brittle:

- a) Chemical decomposition
- b) slow crystallization of the PET and/or
- c) free volume relaxation

The aim of this project was to investigate this phenomenon with the given resources and devices at the KAMA laboratory. At the same time, the three above-mentioned possibilities should be proven or disproven by a test. In addition, the same aging test was carried out with PVC at the same conditions. The results were compared with the PET-test results. The results were also represented in a report for the firm in order to give a conclusion.

The Test was not a long-term test because there was no practical aspect for the company. It was more important to test the aging behavior in the first 14 days. That corresponds to the maximal average storage between manufacturing process of the PET roll and the manufacturing to the finished packaging by the customer.

The focal point of this test was the analysis of the change of the mechanical properties of the samples. A characteristic thermodynamically view was omitted, caused by missing resources.

During the test series each possibility were tested by a special method to prove or disprove the assumption. The brittleness was tested with a DDI-Test, chemical decomposition by an IV test, the crystallinity with a DCS and a haze tester and the relaxation via a density measurement.

The test results show, that neither chemical decomposition nor increasing crystallinity causes the brittleness of PET. So only free volume relaxation is the factor for these phenomenon. This result is also supported by the density measurement



Diplomand:
Christoph Petter
Grafensteiner Str. 1
48565 Steinfurt

Ort der Diplomarbeit:

KAMA Corporation
R & D Extrusion
Engineering
600 Dietrich Avenue
Hazleton PA 18201-7754
USA

Firmen-Betreuer:
Mike Duff, Director R & D

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Hermann Büttner

*Methodenentwicklung zur Bestimmung
von verschiedenen
Polyphenolen im Brauwesen*

In dieser Arbeit wurde für verschiedene Polyphenole in der Matrix Bier ein Analysenverfahren mit der HPLC in Kombination mit UV- bzw. elektrochemischer Detektion entwickelt. Zu diesem Zweck musste die Anreicherung der Polyphenole durch SPE (solid phase extraction), die chromatographische Trennung mit der HPLC, sowie die Detektion optimiert werden.

Zur Anreicherung der Polyphenole aus der Matrix Bier wurde bei der SPE eine Polyamid-Festphase eingesetzt.

Als Elutionsmittel wurden Methanol, ammoniakalisches Methanol, Aceton, N-Methyl-2-pyrrolidinon und Dimethylformamid verwendet. Von diesen Lösungsmitteln ist Dimethylformamid gut geeignet, da die Polyphenole mit einem geringen Volumen eluiert werden können. Ein zeitaufwendiges Einengen zur Aufkonzentrierung des Eluats ist deshalb nicht nötig. Aufgrund der guten Wiederfindungsraten von 94-105 % (UV-Detektion) für Catechin, Epicatechin, p-Cumarsäure und Ferulasäure wurde dieses Verfahren zur Probenaufbereitung angewendet. Die SPE mit einem Anionenaustauscher eignet sich zur Trennung der Phenolcarbonsäuren von den Flavanolen.

Das Bier besitzt einen pH-Wert von etwa 4,5. Bei diesem pH-Wert retenieren die Flavanole nicht. Die Phenolcarbonsäuren werden auf der Säule zurückgehalten, und können mit Natriumdihydrogenphosphat-Lösung (pH = 2) eluiert werden. Durch diese Trennung kann eine mögliche Überlagerung der Substanzen bei der HPLC vermieden werden.

Die chromatographische Trennung der Polyphenole erfolgte mit der HPLC. Es wurde eine Fluofix-Trennsäule eingesetzt. Die stationäre Phase besteht aus einem Reversed Phase Material, bei dem ein verzweigter Fluorkohlenwasserstoff an einem hochreinen Silicagel gebunden ist.

Die Zusammensetzung der mobilen Phase, Natriumdihydrogenphosphat und Acetonitril, wurde über ein Gradientenprogramm gesteuert. Mit diesen Parametern zeigten die untersuchten polyphenolischen Verbindungen eine gute Auflösung. Zur Detektion wurde ein UV- und ein elektrochemischer Detektor verwendet. Bei dem UV-Detektor handelt es sich um ein Dioden-Array-Detektor, der neben der Retentionszeit ein UV-Spektrum der detektierten Substanzen zur Auswertung liefert. Die erhaltenen Spektren können mit einer im Rahmen der Arbeit erstellten Spektrenbibliothek mit 17 Polyphenolen verglichen werden. Bei der elektrochemischen Detektion wurde ein amperometrischer Detektor eingesetzt. Als geeignetes Potential wurde für die Detektion der untersuchten Polyphenole 800 mV ermittelt.

Für einen Zeitraum von vier Wochen stand ein coulometrischer Elektrodenarray-Detektor zur Verfügung. Der Detektor bestand aus acht coulometrisch arbeitenden Elektroden, die jeweils mit unterschiedlichen Potentialen belegt wurden. Dadurch konnten substanzspezifische hydrodynamische Voltamogramme ermittelt und zur Identitätskontrolle eingesetzt werden.

Als Leistungskriterien dienten die Wiederfindungsraten, die Reproduzierbarkeit (Variationskoeffizienten), die Nachweis- und Bestimmungsgrenzen und die Korrelationskoeffizienten der Kalibrierfunktionen für die Substanzen Catechin, Epicatechin, p-Cumarsäure und Ferulasäure.

Die Wiederfindungsraten und die Variationskoeffizienten waren bei der UV-Detektion ($W=94-105\%$; $V_k=0,6-2,7\%$) besser als bei der amperometrischen Detektion ($W=66-89\%$; $V_k=3,5-20,0\%$). Die Nachweisgrenzen lagen bei beiden Detektoren unter $0,6\text{ mg/L}$, und die Bestimmungsgrenzen unter $1,4\text{ mg/L}$. Die Nachweis- und Bestimmungsgrenzen waren bei der amperometrischen Detektion kleiner, mit Ausnahme der p-Cumarsäure. Die Kalibrierfunktionen zeigten bei beiden Detektoren eine sehr gute lineare Korrelation ($r > 0,999$), nur die p-Cumarsäure zeigte bei der amperometrischen Detektion lediglich eine gute Korrelation ($r = 0,9987$). Aufgrund der Ergebnisse ist der UV-Detektor besser geeignet.

Das entwickelte Analysenverfahren wurde für Untersuchungen an verschiedenen Stellen im Brauprozess eingesetzt. Dadurch konnte der Verlauf des Gehaltes an Polyphenolen während des Maisch- und Würzprozesses ermittelt werden. Darüber hinaus wurden verschiedene Biersorten analysiert. Dieses brachte eine Übersicht über die Polyphenolgehalte.

Das Ziel dieser Arbeit, ein zuverlässiges und empfindliches Analysenverfahren für die Bestimmung von Polyphenolen im Brauwesen zu ermitteln, ist erreicht worden. Die entwickelte Methode ist routinemäßig einsetzbar.



Diplomand:
Frank Porbeck
Zum Windfeld 18
59872 Meschede

Ort der Diplomarbeit:

**Brauerei C.&A. Veltins
GmbH & Co.**
An der Streue
59872 Meschede-
Grevenstein

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Chem. Ing.
S. Loch-Ahring

FH-Betreuer:
Prof. Dr. H.-G. Schulz

*(La,Ca)MnO₃ - ein Vertreter
magneto-resistiver Manganate*

Die vorliegende Arbeit zeigt einen Weg, perowskitähnliche Manganate, hier im speziellen Fall (La,Ca)MnO₃ als Massivmaterial darzustellen.

Mit Hilfe der keramischen Methode, die im Gegensatz zur Nasschemischen preiswerter ist, konnte ein Ausgangsmaterial hergestellt werden, welches, durch Vergleiche mit Referenzproben, als phasenrein zu bezeichnen ist.

Der beschriebene Weg der Präparation zeigt also eine verlässliche und gut reproduzierbare Art und Weise, befriedigende Ausgangspulver für die Herstellung von Massivmaterialien zu erzeugen.

Das Schwerpunkt der Arbeit war die Herstellung von massiven keramischen Stäben.



Diplomand:
Christoph Risse
Heckelbeckstr. 34
44379 Dortmund

Diese wurden hergestellt, indem das vorliegende Pulver in Korundröhrchen gebracht und von Hand eingepresst wurde. Nach einer Vorsinterung erfolgte dann der Hauptschritt der Herstellung der Massivstäbe in einem Zonenschmelzofen; hier wurden dann die vorgefertigten Stäbe bei einer Temperatur und einer Geschwindigkeit, die in aufwendigen Vorversuchen ermittelt wurde, durchgezogen.

Die Schwierigkeit bestand darin, dauerhaft stabile Stäbe zu erhalten; es zeigte sich, dass am Anfang das Material nach einiger Zeit (Tage) stark „alterte“, was bedeutet, es zeigten sich Risse oder die Stäbe lösten sich fast vollständig auf. Dieses Problem konnte aber durch die korrekte Einstellung der Präparationsparameter behoben werden.

Als Resultat liegt nun ein Material vor, die sich nicht nur durch Stabilität auszeichnet, sondern auch durch sein elektrisches Verhalten; bei sinkender Temperatur nimmt der Widerstand enorm zu. Diese Eigenschaften können zu einer späteren Anwendung führen.

Ort der Diplomarbeit:

Fachhochschule Münster
Chemieingenieurwesen
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

*Entwicklung eines geruchsfreien
VU-Harzes
für die Kanalrohrsanieung*

Es wurde ein styrolfreies und geruchsarmes Reaktionsharz für die Kanalrohrsanieung entwickelt, das die heute verwendeten UP-Harze – dabei handelt es sich vor allem um Harze auf Basis von Isophthalsäure und Neopentylglykol– ersetzen kann.

Der oligomere Teil des neuen Harzes besteht aus einem bifunktionellen Isocyanat (MDI), einem zwei- und einem dreiwertigen Alkohol (Tripropylenglykol bzw. Trimethanolpropan) und einem Hydroxyalkylmethacrylat (Hydroxypropylmethacrylat). Die Härtung erfolgt durch eine radikalische Copolymerisation mit einer Reaktivverdünnermischung aus Tetrahydrofurfurylmethacrylat und Triethylenglykoldimethacrylat.



Diplomand:
Carsten Romahn
Tannenweg 45
58638 Iserlohn

Das neue Harz ist in bezug auf Viskosität (1000 mPa*s) und Reaktivität ($t_{Tmax} = 450$ s) mit dem etablierten UP-Harz ($\eta \cong 1000$ mPa*s, $t_{Tmax} = 380$ s) vergleichbar und Geruchsbelästigungen auf der Baustelle sind praktisch ausgeschlossen.

Die mechanischen Eigenschaften des gehärteten Materials erfüllen in vollem Umfang die von UP-Harzen gesetzten Standards. Kritischer ist Preis.

Er liegt mit ca. 6,50 €/kg etwa dreimal so hoch wie der, des eingesetzten UP-Harzes.

Ort der Diplomarbeit:

Saertex multiCom GmbH
Brochterbecker Damm 52
48369 Saerbeck und
Kunststofflabor
FH Münster

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Manfred Boyer

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

*Herstellung und Charakterisierung
von Schwundkompensatoren
für SMC-Formteile*

SMC (Sheet Moulding Compound) ist ein wichtiger Werkstoff in der Automobilindustrie.

Die SMC-Formteile zeichnen sich durch große Freiheit bei der Formgebung, hohe Steifigkeit und Festigkeit, Lackierfähigkeit und hohe Wirtschaftlichkeit aus.

Besonders interessant ist die sogenannte Class A-Formulierung – „Class A“ bedeutet, dass die Formteilerfläche in ihrer Lackierfähigkeit einem Automobilstahl vergleichbar ist – die man mit sogenannten Low Profile SMC (LP-SMC) durch Zugabe von speziellen Thermoplasten (sogenannte LP-Additive) erreicht.

Die Thermoplaste, die meist als styrolische Lösungen zugesetzt werden, bewirken eine sogenannte Schwundkompensation und führen zu spannungsfreien, dimensionsstabilen Formteilen mit hoher Oberflächenqualität, die der Oberfläche des Stahlwerkzeugs entspricht.

Die Automobilhersteller bemängeln jedoch die VOC-Emissionen (Volatile Organic Compounds) des SMC und fordern dringend eine Werkstoffverbesserung in Form einer deutlichen Emissionsverringerung. Bei diesen flüchtigen Bestandteilen handelt es sich um nicht eingebautes Styrol (Reststyrol), flüchtige Initiatorfolgeprodukte und weitere niedermolekulare Substanzen, die aus dem Harz bzw. den Additiven stammen können.



Man findet bei nicht schwundkompensiertem SMC – das allerdings nicht praxistauglich ist – eine VOC-Emission, die gegenüber dem Low Profile-SMC (LP-SMC) drastisch verringert ist. Ganz offensichtlich stammen die emittierten flüchtigen Bestandteile überwiegend aus der Phase des Schwundkompensators.

Beim LP-SMC werden vor allem Polyvinylacetat (PVAc), gesättigte Polyadipate und in geringerem Umfang Polymethylmethacrylat (PMMA) als LP-Additive verwendet. Bei umfangreichen Versuchen zeigte sich, dass man unabhängig vom SMC-Harz mit dem Schwundkompensator PMMA ($T_G = 105\text{ °C}$) die geringsten Emissionen in LP-Formulierungen findet – LP-Additive wie Polyadipate (T_G ca. -40 °C) und PVAc (T_G ca. 35 °C) weisen deutlich höhere Emissionen auf. Damit ergibt sich folgende Arbeitshypothese:

Lassen sich die VOC-Emissionen weiter verringern, wenn man die Glasstemperatur des Schwundkompensators über 105 °C hinaus anhebt?

Für die Glasstemperatur des Schwundkompensators gibt es eine obere Grenze, sie muss unterhalb der Presstemperatur des SMC bleiben ($150 - 160\text{ °C}$). Schwundkompensation bedeutet Hohlrumbildung in der Thermoplastphase, dazu muss der Thermoplast leicht verformbar sein und den Schwundspannungen des Duromers während der Härtung nachgeben. Ziel der Diplomarbeit war es daher, PMMA so zu modifizieren, dass Glasstemperaturen zwischen 105 °C und 140 °C erreicht werden.

*Diplomandin:
Dana Rüttgers
In den Wiesen 1
48431 Rheine*

Ort der Diplomarbeit:

**DSM
Composite Resins
Gebäude U 508
67056 Ludwigshafen**

*Firmen-Betreuer:
Dr. Dale Gerth*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz*

*"Prozessentwicklung zur Herstellung galvanisch
abgeschiedener Gold-Zinn-Bumps für eine
Flip-Chip-Kontaktierung von HF-Bauelementen"*

Es sollte ein Verfahren zur seriellen elektrochemischen Abscheidung von Gold und Zinn entwickelt und erprobt werden, sowie ein Umschmelzprozeß zur Erzeugung einer eutektischen Gold-Zinn-Legierung (AuSn20), wobei das Hauptaugenmerk auf der Entwicklung und Erprobung einer speziellen Goldgalvanik, dem "Fountain Plater", mit einem Goldsulfid-Elektrolyten lag.

Meine Hauptaufgabe war die Entwicklung eines Galvanikprozesses zur Erzielung hoher Bumphöhen von bis zu 60µm, sowie die Ermittlung und Optimierung unterschiedlicher Parameter.

Des Weiteren gehörte die Prozessentwicklung der Nachfolgenden Prozesse, des Entschichtens, Ätzens und Umschmelzens zu meinen Aufgaben.

Außerdem habe ich mich intensiv mit dem vorgelagerten Prozess, der Lithographie, beschäftigt, da ein Problem darin bestand eine ausreichend hohe Lackstruktur zu erhalten.

Ziel der Entwicklung neuer, und der Verbesserung bereits existierender, Aufbau- und Verbindungstechniken ist eine Kostenreduzierung, Steigerung der Packungsdichte und Funktionsverbesserung. Das Konzept des Flip Chip Prozesses, wobei der Chip kopfüber, mit der prozessierten Oberseite nach unten, direkt auf dem Substrat montiert wird, bietet hierbei von den bereits existierenden Verfahren sehr gute Möglichkeiten. Da verfahrensbedingt kein zusätzlicher Platz für die Kontaktierung benötigt wird, können Platzbedarf und Chipgröße neu betrachtet werden. Aufgrund der minimalen Verbindungslänge hat das Flip Chip Verfahren vor allem bei Hochfrequenzanwendungen große Vorteile gegenüber anderen Verbindungstechniken.

Parallel dazu müssen aber auch andere Prozessparameter, wie Bumpingverfahren, Lithographie und Material- bzw. Legierungsauswahl optimiert und auf das Kontaktierungsverfahren angepasst werden. Die eutektische Gold-Zinn-Legierung ist hierfür aufgrund der sehr guten elektrischen und mechanischen Eigenschaften besonders geeignet. Hervorzuheben ist hier die Erzielung temperaturstabiler Kontakte, aufgrund des Schmelzpunktes von 280°C.



Zur Durchführung der Diplomarbeit standen ab Mitte Juni 4" Si-Wafer zur Verfügung, die durch Aufdampfen mit der Grundmetallisierung (UBM: Under Bump Metalisation) Ti/Pd/Au versehen wurden. Für den fotolithographischen Prozess wurde der Lack AZ 4562 von der Fa. Höchst verwendet.

Für die elektrolytische Goldabscheidung stand ab Juni ein speziell für diesen Prozess neu entwickelter Fountain Plater zur Verfügung, den ich zunächst auf seine Funktionalität geprüft, eingearbeitet und getestet habe.

Die Abscheidung erfolgte aus einem von Degussa entwickelten cyanidfreien Goldelektrolyten auf Sulfitbasis, dem Auruna 591. Der Elektrolyt ist speziell für die Abscheidung dicker Schichten bis 30 µm bei guter Bondbarkeit entwickelt worden. Die elektrolytische Zinnabscheidung erfolgte in einer Bandgalvanik. Die Abscheidung erfolgte aus dem Glanzzinnbad CULMO, auf schwefelsaurer Basis, der Firma Schlötter.

Für den Umschmelzprozess stand ein IR-Ofen mit Stickstoffatmosphäre und eine Diener Anlage, die mit H₂-Plasma betrieben wurde, zur Verfügung. Zur Charakterisierung stand ein Lichtmikroskop, ein Tastschnittgerät zur Profil- und Höhenmessung, ein REM, ein DSC sowie ein Gerät zur Bestimmung der Scherspannung zur Verfügung. Außerdem wurden Querschliffe angefertigt und unter dem Lichtmikroskop ausgewertet. Des weiteren wurde ein Löttest gemacht.

Es wurde ein reproduzierbarer Prozess entwickelt, der die geforderten Kriterien erfüllt. Für den Vergoldungsprozess wurden die besten Ergebnisse bei einer Stromdichte von 0,67 A/dm² und einer Abscheidungsgeschwindigkeit von 0,4 µm/min erzielt. Der Umschmelzprozess im H₂-Plasma (Diener Anlage) hat im Vergleich zum Verfahren im IR-Ofen nur Vorteile und ist deshalb zu bevorzugen. Die Umschmelzzeit beträgt ca. 4,5 Minuten, bei einer Umschmelztemperatur von 330 °C. Dabei wird aufgrund einer Schichtdickenzunahme von ca. 35% eine Schichtdicke von 40 µm erreicht. Die Standardabweichung beträgt 2,13 µm, die maximale Abweichung 9,17%.

Diplomand:
Volker Schlake
Niederweg 49
32584 Löhne

Ort der Diplomarbeit:

Siemens AG
CT D2P
Otto-Hahn-Ring 6
81730 München

Firmen-Betreuer:
Dr. Hubert Baueregger

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Ulrich Kynast

*Oberflächenvorbehandlung
von
Magnesiumklebverbindungen*

**Im Rahmen eines
Forschungsvorhabens
wurden umfassende Un-
tersuchungen zur Alte-
rungs- und Korrosionsbe-
ständigkeit von Mg-
Klebungen durchgeführt.**

Im Rahmen eines Forschungsvorhabens wurden umfassende Untersuchungen zur Alterungs- und Korrosionsbeständigkeit von Mg-Klebungen durchgeführt, wobei neben mechanischen Vorbehandlungen kommerziell verfügbare Konversionsbehandlungen auch neuere chromfreie Versionen vor dem Kleben einbezogen waren.

Während der Diplomarbeit wurden Festigkeitsuntersuchungen nach Alterungs- und Korrosionsprüfung durchgeführt.



*Diplomandin:
Marion Schmücker
Zum Kleifeld 10
59469 Ense*

In begleitenden Versuchen, wie Bestimmung der Feuchtaufnahme in Klebungen und Klebstoffen, Rissbeständigkeitsuntersuchungen und elektrochemischen Korrosionsuntersuchungen, wurden Ursachen für den Abfall der Festigkeit und der Beständigkeit ermittelt.

Die Ergebnisse geben einen Überblick über das Verhalten von Mg-Klebungen unter Korrosionsbeanspruchung und über mögliche Einsatzgebiete.

Ort der Diplomarbeit:

***Fachhochschule Münster
Labor für Werkstofftechnik
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt***

Betreuer Labor:

Prof. Dr. Gerhard Kötting

*Beschichtung von Schichtsilikaten mit
Metalloxiden über
Fällungsreaktionen und Sol-Gel-Prozesse*

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Schichtsilikat Muskovit mit den Metalloxiden Yttrium, Barium und Kupferoxid beschichtet und anschließend das Produkt charakterisiert. Das Ziel sollte es sein den Glimmer mit der Supraleitenden Phase $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ zu überziehen.

Die Beschichtung erfolgte über Fällungsreaktionen wie Carbonat- oder Oxalat- Fällung sowie über Sol-Gel Methoden.

Bei allen Beschichtungen wurden die Metallsalze in einem Verhältnis von Yttrium zu Barium zu Kupfer von 1:2:3 eingesetzt. Bei den Fällungsreaktionen bildeten sich nach dem Sintern bei 900 °C laut den durchgeführten Röntgenstrukturanalysen die $\text{Y}_2\text{BaCuO}_{5-x}$ - und $\text{Y}_{2-y}\text{Ba}_y\text{CuO}_{4-x}$ - Phasen.

Die beste Beschichtung ohne Risse und Abplatzungen wurde beim Einsatz von Natriumhydrogencarbonat als Fällungsmittel erreicht. Bei den Sol-Gel- Methoden wurden als Komplexmierungsmittel Zitronensäure, Ethylen-diamintetraessigsäure und Polyvinylalkohol verwendet, hierbei konnte anhand der Röntgenstrukturanalysen die Phasen CuO , $\text{Y}_2\text{BaCuO}_{5-x}$, $\text{Y}_{2-y}\text{Ba}_y\text{CuO}_{4-x}$, und die gewünschte $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Phase identifiziert werden. Die Thermoanalysen der Proben aus den Fällungs- und Sol-Gel-Methoden zeigten nicht die typischen Umwandspeaks für die supraleitenden Phase $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ die im Bereich von 950 °C liegen.



Diplomand:
Andreas Sengespeick
Am Wilsenberg 6
59846Sundern

Bei Anwesenheit von Glimmer zeigten die Proben ein Umwandlungspeak bei 1035 °C für die Bildung der sogenannten Grünen Phase (Y_2BaCuO_{5-x}), die aber keine Supraleitung mehr aufweist. Bei den Sol-Gel-Methoden konnte unter Verwendung der Ethylendiamintetraessigsäure eine gute, durchgängige Beschichtung ohne Risse erreicht werden.

Die Beschichtung variiert zwar in der Schichtdicke, aber es scheidet sich der Hauptteil des eingesetzten Beschichtungsmaterials auf dem Glimmer ab, auch kommt es an den Kanten des Glimmers nicht zu Aufballungen oder Abrieb.

Eine Abschätzung der Schichtdicke die an den durchgeführten Rasterelektronenmikroskopaufnahmen erfolgte ergab für die Carbonat-Fällung Schichtdicken $< 1\mu\text{m}$ und für die Sol-Gel-Methoden 1-2 μm , wobei der eingesetzte Glimmer selbst 0,1-3 μm dick ist.

Am Erfolg versprechensten für weitere Forschung scheinen die Systeme der $NaHCO_3$ -Fällung und der EDTA-Pyrolyse zu sein. Des Weiteren sollte geklärt werden ob und in welcher weise der Glimmer katalytisch auf die sich bildenden Phasen wirkt.

Ort der Diplomarbeit:

***Fraunhofer Institut für
Umwelt-, Sicherheits-
und Energietechnik
Osterfelderstr. 3
46047 Oberhausen***

Firmen-Betreuer:
Dipl.-Ing. Jürgen Bertling
Dipl.-Ing. Martin Sgraja

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

*Optimierung der Verfahrensschritte
zur Herstellung kosmetischer Produkte
auf einer 6-Tonnen-Anlage:
Fabrikation - Reinigung - Desinfektion*

In dieser Arbeit wurden die Fabrikation von Pflegeprodukten, die Reinigung und die Desinfektion des Fabrikationskessels auf einer 6-Tonnen-Anlage optimiert. Das heißt, der ganze Produktionszyklus vom sauberen Kessel bis zum sauberen Kessel wurde verbessert.

Aufgrund der langen Produktionszeiten von bestimmten Pflegeprodukten der Familie Plénitude wurden die Rezepturen analysiert. Durch die Studie der Herstellungsprotokolle, der gespeicherten Daten und der Arbeitsorganisation konnten Verringerungen der Produktionszeiten erzielt werden.

Die Optimierungen der Rührzeiten und der Rohstoffzugaben konnten sofort umgesetzt werden. Für Änderungen im Ablauf des Prozesses wurden zunächst ein Laboransatz und ein 200-kg-Testansatz gemacht, bevor ein Pilotansatz auf dem 6-Tonnen-Modul zur Validierung des neuen Herstellungsprotokolls produziert wurde.

Die meisten Verbesserungen wurden für das Produkt Plénitude Aktiv Futur Crème Tous Types de Peaux gemacht. Modifikationen wurden hinsichtlich Rührzeiten, Kühschritte, Arbeitsorganisation und Prozessablauf gemacht. Mit dem überarbeiteten Herstellungsprotokoll wurden 4,7 h gespart. Da Produkte der Aktiv-Futur-Familie, wie Aktiv-Futur Fluide toutes peaux, Aktiv-Futur Creme SPF 15, gleiche Prozessabläufe haben, wurden die Herstellungsprotokolle dieser Formeln in gleicher Weise angepasst und somit ebenfalls Fabrikationszeiten reduziert.

Da das Herstellungsprotokoll von Plénitude Fluide Hydrafresh schon optimiert ist, wurde das Prozess nicht geändert. Eine bessere Arbeitsorganisation wurde allerdings ausgearbeitet. Dabei konnten 20 Minuten gewonnen werden.

Bei Plénitude Hydrafresh Peaux Normales/Peaux Mixtes wurde ebenfalls die Arbeitsorganisation geändert, da die Prozesse schon optimiert sind. Die Produktionszeit wurde dadurch um 20 Minuten verringert.

Bei Plénitude Age Perfect Creme Jour wurden Standzeiten im Herstellungsprozess festgestellt. Nach der Änderung von Rührzeiten und Heizschritten wurden 30 min gespart.

Durch die Optimierung der Formeln konnten Zeitersparnisse von 20 Minuten bis 4,7 Stunden herausgearbeitet werden. Diese Zeit steht somit den folgenden Fabrikationen zur Verfügung, die Planungsmengen können schneller erreicht werden. Die neuen modifizierten Protokolle können weiterhin als Grundlage für Herstellungsprotokolle ähnlicher Produkte benutzt werden, so dass auch hier die kürzeste Fabrikationszeit erreicht wird.

Bei der Reinigung wurde eine Optimierung durchgeführt, da die Reinigung ohne Reinigungsmittel nicht immer genügt, um die Reinheitskriterien zu erfüllen.

Deshalb wurden zwei Reinigungsprogramme mit unterschiedlichen Konzentrationen von Reinigungsmittel geschrieben. Dank einer Klassifizierung der Produkte in Abhängigkeit von Gelyp und -menge, wurden die Reinigungsprogramme zugewiesen.

Für die Produkte, die nach einem Reinigungszyklus sauber werden, wurde das vorhandene Programm beibehalten, da die neue Version zu lange dauert.

Mit dem Programm RM1 (mit CIP100) wurden zwischen 7 und 50 Minuten gewonnen. Mit dem Programm RM2 (mit CIP100 und CIPAdditive) wurden zwischen 12 und 80 Minuten gewonnen. Außerdem wird mit diesen neuen Programme eine bedeutende Wassermenge gespart

Für jedes Produkt wird das passende Reinigungsprogramm in das Herstellungsprotokoll eingetragen. Die Kartographie wird weitergeführt, um eventuelle Änderungen zu machen, da manchmal andere Rohstoffe außer den Gelbildnern einen Einfluss auf die Reinigung haben können. Darüber hinaus gehen neue Produktformeln oder Formelveränderungen in die Klassifizierung ein.

Aufgrund Kondensatbildung wurde die Desinfektion zum Zeitpunkt der Studie nicht validiert. Die Bedingungen der Desinfektion, d.h. mindestens 10 Minuten über 80°C oder 5 Minuten über 100°C, werden im unteren Bereich der Anlage nicht immer respektiert.

Viel Kondensat bildet sich, weil der Doppelmantel nicht geheizt werden darf. Dieses Kondensat sammelt sich im unteren Bereich der Anlage, so dass die Temperatur sinkt. Der Dampfdruck am Eingang des Kessels wurde erniedrigt, um die Kondensatmenge zu vermindern. Die Temperatur wurde allerdings mit Schwierigkeiten erreicht.

Der Druck wurde deshalb wieder erhöht und ein neues Desinfektionsprogramm wurde geschrieben, bei dem 3 Desinfektionsphasen von jeweils 5 Minuten, statt 2 Phasen von 7 Minuten ausgeführt wurden. Die Bedingungen der Desinfektion sind mit diesem Programm respektiert, aber die Anlage wird nicht vollständig getrocknet. Hierfür wird eine neue Phase im Programm geschrieben, damit die Desinfektion vor der Entleerung, d.h. mehr als 4 Stunden nach der Desinfektion, noch gültig wird.



*Diplomandin:
Janie Terrier
8 rue des Murgers
71640 Givry
Frankreich*

Ort der Diplomarbeit:

***L'Oréal Produktion
Deutschland
GmbH & Co. KG
Herzstraße 175
76187 Karlsruhe***

*Firmen-Betreuer:
Daniel Wagner
Dipl.-Ing. Stefan Kuhlich*

*FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan*

*Kinetische Untersuchungen zur
Dissoziation von
polyklonalen Humanen IgG-Dimeren*

Im Rahmen der Arbeit wurde die Kinetik der Dissoziation von polyklonalen, humanen IgG-Dimeren untersucht.

IgG-Moleküle sind bivalente Antikörpermoleküle, die zur Erkennung bzw. Eliminierung eines Antigens dienen, welches eine Immunantwort hervorgerufen hat, und die von den B-Lymphozyten nach der Umwandlung in Plasmazellen produziert werden.

Neben den Antikörpern, die gegen körperfremde Antigene, oft Proteine, gerichtet sind, werden durch das Immunsystem auch Antikörper gebildet, die mit den Antigenbindungsstellen anderer Antikörper interagieren (sog. anti-idiotypische Antikörper).

Diese anti-idiotypischen Antikörper reagieren reversibel mit anderen Antikörpern (Schlüssel-Schloss-Prinzip) unter Bildung von Dimeren.



Die Untersuchungen der Dissoziation so entstandener IgG-Dimere wurde mittels der HPLC-Technik durchgeführt. Dafür wurden Dimere mit Hilfe der Größenausschlußchromatographie von den Monomeren und Polymeren aus einem von mehreren Spendern stammenden Immunglobulin-Präparat rechromatographisch abgetrennt und dann mittels HPLC-Technik die Dissoziation ca. 60 Tage lang gemessen. Zur Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wurden zeitlich überlappend zwei unabhängige Experimente durchgeführt, Kinetik 1 und Kinetik 2. Die so erhaltenen, experimentellen Daten wurden mit Hilfe eines Computersimulationsprogrammes untersucht. Durch Variationen der zunächst unbekanntenen Größen Ausgangskonzentration und kinetischen Dissoziationskonstante und der schrittweisen Anpassungen der berechneten Dimerzerfallskurven an die experimentellen Daten wurden die beiden Parameter bestimmt.

Die erhaltenen Ergebnisse erlauben den Nachweis der Existenz von drei verschiedenen, klar unterscheidbaren Dimerpopulationen, deren jeweilige apparente Ausgangskonzentrationen und Dissoziationskonstanten mit zunehmender Reaktionszeit abnehmen.

Diplomandin:
Paulina Tomczyk
Geschwister-Scholl-
Straße 11 b/16
35099 Marburg

Ort der Diplomarbeit:

Aventis Behring GmbH
Research & Analytics
Emil von Behring
Straße 76
35001 Marburg

Firmen-Betreuer:
E.J. Kanzy
Dr. P. Gronski

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Horst Altenburg

*Entwicklung, Optimierung
und Validierung einer
fluoreszenzspektrometrischen (low cost)*

**Methode zur Analyse von Flecainid
aus Plasma auf HPTLC-Platten**

In dieser Arbeit wurde eine HPTLC-Methode zur quantitativen Bestimmung von Flecainidacetat in Blutplasma entwickelt und validiert. Flecainid ist der Wirkstoff des Antiarrhythmikums Tambacor®.

Bei dieser bioanalytischen Methode wurde das Verfahren des internen Standards angewendet. Der Konzentrationsbereich der Methode sollte einen Bereich von 200 ng Flecainid/mL Plasma bis 1000 ng Flecainid/mL Plasma abdecken.

Das Verfahren beginnt mit der Extraktion des Flecainids aus dem Plasma mittels iso-Hexan.

Anschließend erfolgt ein Aufkonzentrierungsschritt, bei dem das iso-Hexan vollständig verdampft und der verbleibende Rückstand in Aceton aufgenommen wird. Danach erfolgt die Applikation auf Kieselgel 60 Platten mit dem Format 20 cm × 10 cm. Als mobile Phase wird ein Gemisch aus Ethylacetat/Methanol/konz. Ammoniak mit den Volumenverhältnissen 85/10/5 eingesetzt. Ausgewertet wird die Eigenfluoreszenz des Flecainids, die Anregungswellenlänge liegt bei 300 nm und die Emissionswellenlänge bei 370 nm.

Die Validierung der Methode erfolgte in einem Linearitätsbereich von 50 ng Flecainid/mL Plasma bis 1600 ng Flecainid/mL Plasma. Die Präzisionsbestimmung wurde bei einer Konzentration von 300 ng Flecainid/mL Plasma, sowie bei 1000 ng Flecainid/mL Plasma durchgeführt. Es wurden jeweils sieben Proben vermessen und die relative Standardabweichung ermittelt. Ebenso wurde bei der Messung der Methodenrichtigkeit verfahren. Hier wurde die Abweichung des Mittelwertes vom entsprechenden Sollwert zur Beurteilung herangezogen.



Bei der Ermittlung der Methodenpräzision lag die gesetzte Spezifikation bei $\pm 10\%$ zulässiger Abweichung vom Mittelwert der sieben Proben. Die erhaltenen Ergebnisse von $3,7\%$ Abweichung im unteren Konzentrationsbereich, sowie von $3,2\%$ Abweichung im oberen Konzentrationsbereich, erfüllen die gesetzten Anforderungen sehr gut.

Die Methodenrichtigkeit weist im unteren Konzentrationsbereich, bei $300\text{ ng Flecainid/mL Plasma}$, eine Abweichung vom Sollwert von $0,1\%$, bezogen auf den Mittelwert der 7 Auftragungen, auf. Bei den Proben der höheren Konzentration, $1000\text{ ng Flecainid/mL Plasma}$, wurde eine Abweichung vom Sollwert von $8,1\%$ ermittelt. Die gesetzte Spezifikation lag bei $\pm 10\%$ Abweichung vom Sollwert.

Die Bestimmung der Nachweisgrenze erfolgte über das Signal/Rauschverhältnis. Als Nachweisgrenze wurde diejenige Konzentration angesehen, bei welcher das Signal der Substanz die dreifache Höhe des Grundrauschens aufwies. Die ermittelte Nachweisgrenze aus dem Chromatogramm der Kalibrierlösung mit der Konzentration $50\text{ ng Flecainid/mL Plasma}$ liegt bei $35\text{ ng Flecainid/mL Plasma}$. Der Korrelationskoeffizient der Kalibriergeraden beträgt $r > 0,998$.

Mit diesen Leistungsdaten ist somit ein Verfahren entwickelt worden, welches den Anforderungen der 3 M Medica für bioanalytische Untersuchungsverfahren entspricht.

Diplomand:
Dirk van de Sand
Halterner Str. 4
46485 Wesel

Ort der Diplomarbeit:

3M Medica
Gelsenkirchener Str. 11
46325 Borken

Firmen-Betreuer:
Dr. W. Bock
Dipl.-Ing. D. Kronenfeld

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Hans-Georg Schulz

*HPLC von Explosivstoffen
und deren Abbauprodukten
in marinen Sedimenten*

Das Ziel dieser Diplomarbeit war es, eine Methode zur Bestimmung von Trinitrotoluen (TNT) und seinen Metaboliten mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) zu entwickeln.

Im Zuge der Probenaufarbeitung mussten die Proben getrocknet werden. Es stellte sich heraus, dass die Gefriertrocknung die besten Resultate ergab.

Mit den anderen Methoden (Luft-trocknen, Trocknung mit Natriumsulfat) konnten im besonderen die Mononitrotoluene nicht wiedergefunden werden.

Im Anschluss daran folgte ein Vergleich von Extraktionen mit verschiedenen Lösungsmitteln, Volumina und Extraktionsmethoden. Ebenso wurden die Extraktionszeiten variiert. Dabei zeigte sich, dass eine Behandlung der Probe mit 20 mL Methanol im Ultraschallbad über 24 Stunden die höchsten Wiederfindungsraten ergaben.

Die Proben wurden am Rotationsverdampfer eingeeengt und anschließend mit 1 mL eines Methanol/Wasser-Gemisch wieder aufgenommen und in ein Vial überführt. Bei Verwendung von reinem Methanol entstand ein Fronting.

Die HPLC-Analyse wurde mit einem 65-minütigen Gradientenlauf durchgeführt, mit dem eine zufriedenstellende Trennleistung erreicht werden konnte. Zur Messung kam ein UV/VIS-Diode-Array-Detektor zum Einsatz, da 4-Amino-2,6-dinitrotoluen und Nitrobenzen sich nicht unter den verwendeten HPLC-Bedingungen trennen ließen. Durch die unterschiedlichen Maxima im UV-Spektrum ließ sich aber eine Aussage treffen, ob und welche dieser beiden Verbindungen vorlag.

Es war davon auszugehen, dass die Konzentrationen der Analyten in den Umweltproben relativ gering sein würden. Daraufhin wurde die Kalibrierung in der Nähe der Bestimmungsgrenze von 50 ng/mL bis 1000 ng/mL angesetzt. Die Bestimmungsgrenze liegt bei 25 ng/mL.

1,2-Dimethyl-4-nitrobenzen und Moschusverbindungen wurden als interne Standards getestet. Es stellte sich heraus, dass die Moschusverbindungen sich nicht eigneten, da sie erst sehr spät hinter den zu analysierenden Substanzen eluierten. Somit wurde auf das 1,2-Dimethyl-4-nitrobenzen zurückgegriffen.

Zur Bestimmung der Wiederfindungsraten wurde das Sediment vom Südstrand (Wilhelmshaven) verwendet, wobei davon auszugehen war, dass keiner der Analyten in den Proben vorlag. Zu diesem Sediment wurde ein Standard mit einer Konzentration von 1 µg/mL gegeben und nach der entwickelten Methode dieser Diplomarbeit aufbereitet und analysiert.

Die Wiederfindungsraten für die Mononitrotoluene und des 1,2-Dimethyl-4-nitrobenzens waren sehr gering, so dass hier noch weitere Untersuchungen vorgenommen werden können. Hingegen lagen für die anderen Substanzen die Werte in einem akzeptablen Bereich zwischen 30 und 60%.

In den Realproben, zwei Skagerrakkernen und fünf Oberflächenproben von Helgoland, waren Trinitrotoluen und seine Metaboliten weder quantitativ noch qualitativ nachzuweisen



Diplomandin:
Sonja Wänke
Peter-Böscher-Str. 33
48167 Münster

Ort der Diplomarbeit:

Forschungszentrum
Terramare
Schleusenstr. 1
26382 Wilhelmshaven

Firmen-Betreuer:
Dr. G. Liebezeit

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Günter Lieck