



Fachhochschule
Münster University of
Applied Sciences



AKADEMISCHES JAHRBUCH

- Bachelor-Studiengang Chemical Engineering
- Diplom-Studiengang (Dipl.-Ing.) Chemieingenieurwesen
- Master of Science (M.Sc.) Chemical Engineering (CE)
- Master of Science (M.Sc.) Materialwissenschaften (MW)



01.05.2003-25.04.2004

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.

Neben dem Diplomprogramm wird vom Fachbereich Chemieingenieurwesen auch das konsekutive Bachelor-/Master-Programm "Chemical Engineering" und das binationale Master-Programm "Materialwissenschaften" angeboten. Im Rahmen dieser neuen Studienprogramme hat im vergangenen Jahr die erste Studierende ihr Bachelor-Studium erfolgreich abgeschlossen. Das Studium der Kurzfassungen zeigt, dass in der überwiegenden Zahl sehr anspruchsvolle Forschungsthemen bearbeitet wurden, wobei zum Teil äußerst erfolgversprechende Ergebnisse erzielt wurden.

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

- Instrumentelle Analytik (IA)
- Biotechnologie (BT)
- Angewandte Materialwissenschaft (MW)
- Kunststofftechnologie (KT)
- Chemische Verfahrenstechnik (CVT)
- Chemische Umwelttechnik (CUT)

zuzuordnen.

Im Bereich des Masterstudiums wird zwischen dem deutsch-polnischen Programm Materialwissenschaften (MW) und dem Masterprogramm Chemical Engineering (CE) unterschieden.

Der Dekan, im April 2004

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Stegerwaldstraße 39
48565 Steinfurt
Telefon: (0 25 51) - 9 62 - 1 93
Fax: (0 25 51) - 9 62 - 7 11
email: fb-cheming@fh-muenster.de



Dekan:
Prof. Dr.-Ing. Volkmar Jordan



Prodekan:
Prof. Dr. rer. nat. Michael Bredol



Prüfungsausschussvorsitzender:
Prof. Dr. rer. nat. Hermann Büttner

Lehrkörper:

Altenburg, Horst, Prof. Dr. rer. nat. (i.R.)
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.
Erning, Wilhelm, Prof. Dr. rer.nat. (i.R.)
Janßen, Anton, Prof. Dr. rer. nat. (i.R.)
Jordan, Volkmar, Prof. Dr.-Ing.
Jüstel, Thomas, Prof. Dr. rer. nat.
Korff, Richard, Prof. Dr.-Ing.
Kreyenschmidt, Martin, Prof. Dr. rer. nat.
Kynast, Ulrich, Prof. Dr. rer. nat.
Lieck, Günter, Prof. Dr. rer. nat. (i.R.)
Lorenz, Reinhard, Prof. Dr. rer. nat.
Niederdrenk, Klaus, Prof. Dr. rer. nat.
Pott-Langemeyer, Dr.-Ing.
Schlitter, Klaus, Prof. Dr. rer. nat.
Weiper-Idelmann, Andreas, Prof. Dr. rer. nat.

Lehrgebiet:

Anorganische und Analytische Chemie
Umweltchemie
Physikalische Chemie
Organische Chemie, Biochemie
Technische Chemie und
Chemische Verfahrenstechnik
Chemische Verfahrenstechnik und
Strömungs- und Wärmelehre
Kunststofftechnologie, Makromolekulare Chemie
Analytische Chemie/Instrumentelle Analytik
Technische Chemie
Anorganische Chemie /
Angewandte Materialwissenschaft
Chemische Reaktions- und Prozesstechnik
Instrumentelle Analytik, Kunststoffanalytik,
Spektreninterpretation
Allgemeine, Anorganische und Analytische Chemie
Anorganische, Analytische Chemie, insbesondere
Instrumentelle Analytik
Technologie und Chemie der Kunststoffe,
Organische Chemie
Mathematik, Datenverarbeitung,
Angewandte Informatik
Mathematik
Physikalische Chemie, Instrumentelle Analytik
Organische Chemie

Thema der DIPLOMARBEIT	Name Diplomand/ Diplomandin	Ort der Diplomarbeit	Stud.- richt.	betreuender FH Professor	Seite
Einsatz von physikalischen Treibmitteln beim Schäumen von Flüssigsilikonkautschuken (LSR) im Spritzgießprozess	Auf der Landwehr, Maria	IKV, Aachen	KT	Dr. V. Jordan	1
Membranrückhalt ausgesuchter Modelanalyte im Blutseparator	Bendyk, Alexander	ICB, Münster	BIO	Dr. H. Büttner	2
Luminescence of Rare Earth pyridine carboxylates	Brugger, Bastian	Monash University Australien	MW	Dr. U. Kynast	3
Herstellung und Charakterisierung von polyklonalen Antikörpern gegen verschiedene Regionen des ApoE Rezeptors 2	Brunne, Bianka	Universität Heidelberg	BIO	Dr. H. Büttner	4
Optimierung eines emissionsarmen Class-A-SMC-Systems und Betrachtung der Ergebnisse mittels Headspace GC	Bünker, Jörg	FH Münster/DSM Composite Resins, Ludwigshafen	KT	Dr. R. Lorenz	5
Herstellung von Polyolefin - Nanocomposites zur Verbesserung der Barriereigenschaften von Polyolefin-Folien	Denis, Norbert	Nordenia GmbH, Gronau	KT	Dr. R. Lorenz	6
Hochtemperaturkorrosion von Sintermaterialfilterplatten aus Stahl	Everwand, Andreas	Forschungszentrum Jülich GmbH	MW	Dr. U. Kynast	7
Auslegung einer Anlage zur Reduktion des Sauerstoffgehaltes in Wasserstoff	Fischer, Thorsten	Dow Chemical, Stade	CVT	Dr. R. Korff	8
Entwicklung eines UV-härtenden Klarlacks für Kunststoffaußenbauteile	Hellwig, Jörn	BASF Coatings GmbH, Münster	KT	Dr. R. Lorenz	9
Entwicklung und Vergleich von Methoden zur Detektion potentieller biologischer Kampfstoffe am Beispiel von Microcystin und Ricin	Jaske, Corinna	Wehrwissenschaftl. Institut, Munster	BIO	Dr. H. Büttner	10
Entwicklung eines styrolfreien Harz-Systems für das SMC- BMC-Verfahren	Kiepe, Tobias	FH Münster/ DSM Composite Resins GmbH	KT	Dr. R. Lorenz	11
PUR-Verguss- und Dichtungsmassen auf Basis neuer Polyole	Kirchner, Dirk	Elastogran GmbH, Lemförde	KT	Dr. R. Lorenz	12
Entwicklung zweier unabhängiger atomspektrometrischer Methoden zur Bestimmung von Metallen in siliciumhaltigem Material	Kittler, Nadja	Bayer Industry Services, Leverkusen	IA	Dr. A. Janßen	13
Borbestimmung mittels Laser Ablation Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (LA-ICP-MS)	Kivel, Niko	Merck KGaA, Darmstadt	IA	Dr. A. Janßen	14
Aufbau einer offline HPLC-Maldi-MS-Kopplung Anwendung in der Strukturaufklärung niedermolekularer Substanzen	Klug, Martina	Merck KGaA, Darmstadt	IA	Dr. A. Janßen	15
Enzymatische Reaktionen in überkritischen Fluide	Kuete Dongmo, Miryam	Fraunhofer Institut Umsicht, Oberhausen	BIO	Dr. V. Jordan	16
Atmungsaktives Kunstledersystem durch Koagulation in situ <i>Herstellung und Optimierung eines wasserdampfdurchlässigen PUR-Kunstleder-Systems</i>	Lachmuth, Maik	Benecke-Kaliko AG, ContiTech, Hannover	KT	Dr. R. Lorenz	17
Molekular dotierte Elektrolumineszenzschichten	Martens, Roman	FH Münster, Labor für Materialwissenschaften	MW	Dr. U. Kynast	18
Auslegung eines Systems zur flüssigen Sauerstoffversorgung einer Brennstoffzelle	Mock, Sebastian	EADS Dornier GmbH, Friedrichshafen	KT	Dr. M. Bredol	19
Synthese von Bipyridinderivaten zur Kopplung an Proteine	Niehoff, Felix	FH Münster Labor für Organische Chemie	BIO	Dr. H. Büttner	20
Polymere Füllstoffe in Elastomeren - Herstellung und Charakterisierung der Eigenschaften <i>(Zusammenfassung liegt nicht vor)</i>	Obermann, Mike	Deutsches Institut für Kautschuktechnologie e.V., Hannover	KT	Dr. W. Erning	---



Thema der DIPLOMARBEIT	Name Diplomand/ Diplomandin	Ort der Diplomarbeit	Studien- richtung	betreuender FH Professor	Seite
Polyolsubstitution in PUR-Weichschäumen	Patzer, Stefan	Elastogran GmbH, Lemförde	KT	Dr. R. Lorenz	21
Reduzierung der Prozesszeiten bei gleichbleibend hoher Qualität für Filmcoating mit Eudragit® Formulierungen im Diosna Vertical Centrifugal Coaters VCC 5	Petzke, Michael	Diosna, Dierks & Söhne GmbH, Osnabrück	CVT	Dr. M. Bredol	22
Entwicklung und Verbesserung von spezifischen Stoffeigenschaften eines Standardwerkstoffes durch gezielte Compoundierung	Potreck, Jens	Profilan Kunst- stoffwerk GmbH, Legden	KT	Dr. W. Erning	23
Leistungssteigerung der ICP-MS durch Octapol-Kollisions-/Reaktionszellen für die Ultrapurenanalyse von Elektronikchemikalien	Potthast, Heiko	Honeywell Inc., Werk Seelze, Seelze	IA	Dr. A. Janßen	24
Die Rolle der Bildung von Indolessigsäure über Indolacetaldehyd für die Pathogenität von <i>Ustilago maydis</i>	Reineke, Gavin	Max-Planck- Institut, Marburg	BIO	Dr. H. Büttner	25
Untersuchung von Sauerstoffcarriern für Brennstoffzellensysteme	Rolfes, Oliver	EADS Dornier GmbH, Friedrichshafen	KT	Dr. M. Bredol	26
The Chromatographic behavior of Wild Type and PEGylated Lysozyme on Reversed Phase Media	Schöbel, Jessica	Carnegie Mellon University, Pittsburgh	BIO	Dr. H. Büttner	27
Herstellung, Reinigung und Charakterisierung eines polyklonalen Antikörpers gegen h VLDLR	Schüttmann, Ina	Zentrum für Mole- kulare Biologie Heidelberg	BIO	Dr. H. Büttner	28
Ionization and Fragmentation in Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometry	Simons, Christoph	DSM Research Centre for Techno- logy, NL - 6160 MD Geleen	IA	Dr. G. Lieck	29
LRP1 dependent gene expression and controlled expression of Fe65 in neurons	Zurhove, Kai	University of Texas Southwestern Medical Center Dallas, Texas	BIO	Dr. H. Büttner	30
Entwicklung eines Systems zur transdermalen Verabreichung eines Antihistaminikums und der zugehörigen Analytik	Zwiener, Thorben	Beiersdorf AG Unnaweg 48 20245 Unna	IA	Dr. G. Lieck	31
Thema der Bachelorarbeit	Bachelor- Absolventin	Ort der Bachelorarbeit		betreuender FH Professor	Seite
Optimierung von Veresterungsreaktionen mittels der Pervaporationstechnik	Martin, Nolwenn	FH Münster, Labor für Verfahrenstech- nik		Dr. V. Jordan	33

Thema der MASTERARBEIT (CE)	Master-Absolvent	Ort Masterarbeit	betreuender FH Professor	Seite
Combined Soot and SCR Catalyst System for diesel Engine Emission Reduction	Adapa, Sridhar	Daimler Chrysler Donier GmbH, Friedrichshafen	Dr. R. Korff	35
In-situ Determination of the Rheological Properties of Polyurethane Rigid Foams	Baudrit, Benjamin	Elastogran GmbH, Lemförde	Dr. R. Lorenz	36
Process Development for Purification of Ethyl Linoleate by Urea Treatment	Ewusie, Nana Benyiwa	Cognis GmbH Düsseldorf	Dr. V. Jordan	37
Evaluation of Mass Transfer Limitation at Interphase <i>'Absorption/Desorption of Dissolved Hydrogen on Palladium'</i>	Gondaliya, Chintan	Universität Twente, Catalytic Processes, NL-Enschede	Dr. R. Korff	38
Optimization of Fast and Deep Macropore Formation in n-Type Silicon with Backside Illumination	Ossei-Wusu, Emmanuel	Faculty of Engineering, Christian-Albrecht-Uni, Kiel	Dr. M. Bredol	39
Investigation of Heat Transfer from a Heat Pipe as a Substitute for Industrial Refrigeration Heat Exchangers	Owusu Opuku, Randolph	FH Münster, Laboratory of Chem. and Env. Technology, Steinfurt	Dr.P. Dettmann	40
Einfluss von Additiven auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften von Polyamid 12 für das Selektive Laserintern	Petter, Christoph	Degussa AG, Marl	Dr. R. Lorenz	41
Mixed Matrix Membrane Adsorbers for Protein Purification <i>(Zusammenfassung liegt nicht vor)</i>	Kanumilli, Balagangadhar	Universität Twente Membrane Techn. NL Enschede	Dr. V. Jordan	---
Thema der MASTERARBEIT (MW)				
Investigations in the Phosphor System LaPO ₄	Bartyzel, Malgorzata	Osram GmbH, München	Dr. M. Bredol	43
Entwicklung einer Labormethode zur schnellen Beurteilung des Expansionsverhaltens von Weichintegral-Formteilen direkt nach der Entformung	Kuboszek, Thomas	Elastogran GmbH, Lemförde	Dr. R. Lorenz	44
Atmosphäre Plasma Spraying Method for Lanthanum Hexaaluminate in Thermal Barrier Application	Lyp, Marcin	EADS Dornier GmbH, Friedrichshafen	Dr. H. Altenburg	45
Einfluss der Schlickerzusammensetzung auf die Emaillierfähigkeit von IF-Stahl bei der Direktweißemaillierung-Elektrotauchemaillierung	Mróz, Leszek	Miele Cie. KG, Gütersloh	Dr. H. Altenburg	46
Herstellung von feinpartikularem Eisenoxid durch Sprühpyrolyse	Dogan, Mustafa	Bayer AG, Leverkusen	Dr. V. Jordan	47
Interaction of Sulfidic Electroluminescent Materials with ITO Coated Glass <i>(Zusammenfassung liegt nicht vor)</i>	Miskowiec, Elzbieta	FH Münster, Labor für Physikalische Chemie, Steinfurt	Dr. M. Bredol	---
Surface degradation of luminescent powders-elektrochemical charakterisation <i>(Zusammenfassung liegt nicht vor)</i>	Olszanecka, Agnieszka	FH Münster, Labor für Physikalische Chemie, Steinfurt	Dr. M. Bredol	---

Einsatz von physikalischen Treibmitteln beim Schäumen von Flüssigsilikonkautschuken (LSR) im Spritzgießprozess

Silikonkautschuk gewinnt bei technischen Anwendungen immer mehr an Bedeutung. Besondere Kennzeichen dieser Bauteile sind u.a. konstante mechanische Eigenschaften über einen weiten Temperaturbereich, Biokompatibilität, flammhemmende Wirkung, die Leitfähigkeit ist beliebig von isolierend bis leitend einstellbar, hervorragende Beständigkeit gegen Sauerstoff, Ozon und UV-Strahlung.

Gerade im Bereich der Schaumproduzierenden Kautschukindustrie finden Silikonkautschuke wegen der genannten Eigenschaften immer größere Akzeptanz. Sie werden unter anderem als Dichtungselemente im Hochtemperaturbereich eingesetzt. Stand der Technik in der silikonverarbeitenden schaumproduzierenden Industrie ist der Einsatz chemischer Treibmittel im Extrusionsprozess von hochtemperaturvernetzenden Silikonkautschuken (HTV). Bei chemischen Treibmitteln handelt es sich um Salze, die dem Polymer während der Compoundierung zugeführt werden und durch thermisch initiierten Zerfall ein oder mehrere Gase bilden.

In der LSR-Verarbeitung ist der Einsatz chemischer Treibmittel schwer möglich, da die Verarbeitungstemperatur vom LSR weit unter der Zersetzungstemperatur des chemischen Treibmittels liegt. Daher bietet sich der Einsatz physikalischer Treibmittel an, die auch wegen ihres inerten Charakters und der toxikologischen Unbedenklichkeit attraktiv erscheinen. Ein weiterer Vorteil der physikalischen Treibmittel sind die geringen Kosten.

Die Beladung des Kautschuks in dieser Arbeit erfolgte in zwei Mischblöcken, die aus einem Gehäuse, einer Sintermetallbuchse (Porendurchmesser 2 µm) und einem statischen Mischer bestehen (Bild 1.1). Für jede Komponente wurde je ein Mischblock eingesetzt. Somit wurde jede Komponente des Silikonkautschuks einzeln über das Sintermetall beladen, bevor diese miteinander in einem Mischblock mit statischem Mischer zusammengeführt wurden.

Durch die statischen Mischer wurde der Stickstoff homogen in den einzelnen Komponenten verteilt. Diese Art von Begasung der einzelnen Komponenten führte dazu, dass eine ausreichende Menge an Stickstoff im Kautschuk gelöst wurde.

Mit dem Aufschäumen von LSR ist es möglich eine Gewichtsreduktion bis zu 55 % erzielen. Was zu Materialeinsparungen führt und somit die Bauteilkosten verringert.

Auf die Schaumstruktur nehmen Prozessparameter wie Dosiervolumen, Einspritzgeschwindigkeit, Treibfluiddruck, Füllgrad, Werkzeugtemperatur und Material Einfluss.

Besonders der Treibfluiddruck nimmt Einfluss auf die Blasenstruktur. Eine Erhöhung des Treibfluiddrucks führt zu einer feineren Schaumstruktur.

Variation der Einspritzgeschwindigkeit führt zu Veränderungen der Homogenität der Schaumstruktur. Je höher die Einspritzgeschwindigkeit ist, desto homogener ist auch die Blasenverteilung. Bei Erhöhung der Werkzeugtemperatur nimmt die Porengröße ab, da der Kautschuk schneller vernetzt und dadurch die Blasen schneller fixiert werden. Wenn der Dosierweg erhöht wird, steigt die Dichte des Bauteils und die Blasengröße sinkt. Hierbei wird das Blasenwachstum durch die hohe Dichte des Formteils unterdrückt.

Da der Silikonkautschuk im Spritzgießprozess mit physikalischen Treibfluiden geschäumt und der Schäumvorgang über die Prozessparameter beeinflusst werden kann, können neue Anwendungsfelder erschlossen werden.



Diplomandin:

Maria Auf der Landwehr
Kasinostraße 53
52066 Aachen

Ort der Diplomarbeit:

Institut für Kunststoff-
verarbeitung (IKV)
Pontstraße 49
52072 Aachen

Institutsbetreuer:

Dipl.-Ing. Thorsten Häuser

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Volkmar Jordan

Membranrückhalt ausgesuchter Modelanalyte im Blutseparator



Das Ziel der Arbeit lag in der Untersuchung ob medizinisch relevante Analyte bei dem Separationsprozess im Blutseparator durch die Anbindung an die verwendeten Membranen verändert oder zurückgehalten werden und somit im Vergleich zur Separation durch Zentrifugation die nachfolgende Analyse beeinflusst wird.

Um die Beeinflussung durch die verwendeten Membranen nachzuweisen, wurden für die in diese Arbeit exemplarisch verwendeten Analyte CRP und h-FABP jeweils ein ELISA entwickelt.

Ein weiterer Teil der Arbeit bestand in der Optimierung des bestehenden Blutseparators und der Etablierung neuer Membranen für die Separation.

Die Separationsleistung nahm bei Hämatokritwerten über 42% stark ab. Eine Möglichkeit der Problemlösung bestand in der Beschichtung der Membranen. Die Beschichtung wurde mit Heparin vorgenommen, einem körpereigenen Gerinnungshemmer. Durch die Beschichtung von künstlichen Oberflächen wird die Gerinnungskaskade aufgehoben. Zusätzlich hydrophiliert es die Membran und macht sie für das Plasma durchgängiger, wie es auch in ähnlicher Form in den Kapillargefäßen des Körpers vorkommt.

Durch die Produktionseinstellung der Trennmembran HemasepV mußten die Versuche mit dem Blutseparator an dieser Stelle unterbrochen werden. Nachdem neue Membranen gefunden wurden, wurden diese eingehend für den Einsatz im Blutseparator untersucht. Dazu wurden in mehreren Versuchsreihen verschiedene Kombinationsmöglichkeiten der Membranen im Blutseparator auf Separationsleistung und –zeit, sowie auf Hämolyseeigenschaften getestet. Dabei wurden mit dem Separator Typ Ia die besten Ergebnisse erzielt, was Separationsleistung und –zeit betrifft. Auch hohe Hämatokritwerte waren für diesen Separatortyp kein Problem.

Diplomand:

Alexander Bendyk
Witte Sand 8
48653 Coesfeld

Ort der Diplomarbeit:

Institut für Chemo- und
Biosensorik
Mendelstraße 7
48149 Münster

Firmenbetreuer:

Dr. Peter Rauch

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Mit dem neuen Separator wurde dann der Membranrückhalt für die exemplarischen Analyte CRP und h-FABP durchgeführt.

Die Ergebnisse überraschten, da die Konzentrationen der separierten Proben teilweise höher waren, als die Konzentrationen der zentrifugierten Proben. Es lässt sich dennoch Vermuten, das zumindest für den Modelanalyt CRP ein nur geringer Membranrückhalt zu beobachten ist. Möglicherweise liegt die Ursache für diese überraschenden Ergebnisse bei dem Feuchtigkeitsgehalt der Membran. Je nach Feuchtigkeitsgehalt der Membranen könnten die Membranen dem Plasma Wasser entziehen, was zu einer Aufkonzentrierung führen würde.

Durch die Zusammenarbeit mit dem Zentrallabor des Universitätsklinikum Münster, in der zentrifugiertes und separiertes Plasma mehrerer Proben in einem Routineverfahren auf verschiedene Analyte – unter anderem auf CRP – hin untersucht und gegenübergestellt wurden, konnte sich die Vermutung zumindest bezüglich des Membranrückhaltes von CRP bestätigen.

Als Schlussfolgerung lässt sich sagen, dass der Separator Grundsätzlich für viele Analyte geeignet ist, allerdings nicht für alle. Daher sind weitere Tests in Rahmen einer Produkteinführung erforderlich. Die Membranen (Separatoren) sollten unter definierten Klimabedingungen gelagert werden, um eine mögliche Aufkonzentrierung des Plasmas durch Wasserentzug seitens der Membranen zu vermeiden.

Luminescence of Rare Earth pyridine carboxylates

Obwohl das Phänomen der Lumineszenz von Terbium und Europium seit langem bekannt ist, und sie als Lanthanoide-Komplexe bereits Anwendung in der Technik finden, ist dieser Bereich immer noch Gegenstand aktiver Forschung. Die Vielzahl von Anwendungsgebieten erfordert jeweils speziell abgestimmte Leuchtstoffe. So werden z.B. für den Einsatz in der Bioanalytik lange Lebenszeiten der angeregten Zustände benötigt um die Hintergrund - lumineszenz der Umgebung durch verzögertes Messen zu reduzieren.

Ein weiteres Forschungsgebiet ist die Verwendung dieser Metall-Organischen Komplexe in organischen LEDs (OLEDs). Hierbei wird besonders viel Wert auf die Effektivität und Stabilität des Leuchtstoffes gelegt.

Ein beliebter Leuchtstoff für viele Anwendungen ist $[\text{Eu}(\text{tta})_3(\text{H}_2\text{O})_2]$. Allerdings ist er nicht so effizient, solange Wasser an das Europium koordiniert ist, da es die absorbierte Energie durch Molekülschwingungen abbauen, und so die Emittierung von sichtbarem Licht verhindern kann. Deshalb ist es gängige Praxis das Wasser durch sog. Co-Koordination aus der direkten Umgebung des Zentralatoms zu entfernen. Meist wird hierzu Phenanthroline verwendet.

Im ersten Teil meiner Arbeit werden neue Co-Liganden für das $[\text{Eu}(\text{tta})_3]$ -System hergestellt. Dies geschieht, ausgehend von 4,4'-dicarboxy-2,2'-bipyridine durch Reaktion mit Alkoholen oder Aminen. Als einzig effektiven Weg erwies sich die Dicarbonsäure zunächst zum Säurechlorid und die Amine oder Alkohole zu trocknen und zu Natrium-amine bzw. -alkoholat umzusetzen. Die Reaktionen mussten unter Ausschluss von Sauerstoff und Feuchtigkeit stattfinden, was besondere Anforderungen an die Lösungsmittel und Apparaturen stellte. Zwei neue Co-Liganden konnten synthetisiert werden. Die Eu-Komplexe wurden hergestellt, doch gelang es nicht Kristalle in ausreichender Qualität für die Einkristall - Röntgen - Diffraktometrie zu züchten. Weitere Versuche sind nötig um die optimalen Bedingungen zur Kristallisation zu finden.

Im zweiten Teil der Arbeit wurden neuartige, mit Phenanthroline co-koordinierte Lanthanoid - Picolinsäure Komplexe hergestellt.

Ziel dieser Versuchsserie war es die Möglichkeit einer Co-Koordination dieser Komplexe in unterschiedlichen stöchiometrischen Verhältnissen zu untersuchen. Dies geschah durch Ansätze mit unterschiedlichen Verhältnissen von Picolinesäure und Phenanthroline ((4 Mol / 1 Mol; 3 Mol / 1 Mol; 2 Mol / 2 Mol) Angaben jeweils bezogen auf ein Mol des Lanthanoids).

Soweit möglich wurden Einkristalle gezüchtet und die Struktur der Komplexe durch Einkristall - Röntgen - Diffraktometrie analysiert. Es wurden neue Komplexe mit den Formeln $[\text{Na}(\text{phen})_2(\text{H}_2\text{O})]^{+}$ $[\text{Na}(\text{phen})(\text{H}_2\text{O})_2]^{+}$ $[\text{Ce}(\text{pic})_4]_2 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ und $[\text{Ln}(\text{pic})_3(\text{phen})(\text{H}_2\text{O})]$ (Ln: Eu, Gd, Tb) gefunden. Letztere wurden auch unter Bedingungen gebildet, in denen die Stöchiometrie des Ansatzes nicht der des Komplexes entsprach.

Allerdings stimmten aus bisher nicht geklärten Gründen die IR-Spektren und die Kohlenstoff-Analyse der getrockneten Proben nicht mit diesen Strukturen überein. Dies lässt vermuten, dass die Komplexe nicht stabil sind und sich beim Trocknen verändern. Die IR-Spektren legen eine Transformation zu den unsubstituierten Ln-Picolinaten nahe. Um dieses zu klären und Lösungen für die Stabilisierung der Komplexe zu finden sind allerdings noch weitere Untersuchungen nötig.



Diplomand:

Bastian Brugger
Potthofweg 28
49479 Ibbenbüren

Ort der Diplomarbeit:

School of Chemistry
Monash University
Australien

Universitätsbetreuer:

Dr. Peter Junk

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Ulrich Kynast

Herstellung und Charakterisierung von polyklonalen Antikörpern gegen verschiedene Regionen des ApoE Rezeptors 2

Ziel dieser Diplomarbeit war es, polyklonale Antikörper gegen das Membranprotein ApoER2 herzustellen und ihre Verwendbarkeit in verschiedenen Verfahren zu testen.

Dabei wurde besonderer Wert darauf gelegt, dass die Antikörper auf nativ gefaltetes Protein, vor allem in der Histologie reagieren.

Dies soll gewährleisten, dass die Antikörper später benutzt werden können, um die ApoER2-Expression während der Gehirnentwicklung in Mausembryonen, histologisch nachzuweisen. ApoER2 ist ein Rezeptor, der verschiedenste Funktionen wahr nehmen kann. Er besitzt die Fähigkeit zur Endocytose, spielt aber vor allem auch eine entscheidende Rolle im Reelin-Signalweg, der wiederum für die Gehirnentwicklung bedeutend ist.

Der ApoER2 Rezeptor besteht aus einer N-terminalen Liganden-Bindungsregion, gefolgt von einer EGF Vorläufer Homologie Region sowie einer Sauerstoffverknüpften Zuckerdomäne. Innerzellulär besitzt er ebenfalls eine Ligandenbindungsstelle in Form des phosphorylierbaren NPXY-Motives (X steht dabei für eine beliebige Aminosäure).

Für die Herstellung der Antikörper wurde Protein mit Hilfe des pMBP-ApoER2(1-5) Plasmides, dass von Herrn Prof. Herz zur Verfügung gestellt wurde, produziert und über eine Amylose Säule aufgereinigt. Da die herzustellenden Antikörper auf nativ gefaltetes Protein reagieren sollen, sollte natürlich auch dass für die Immunisierung benutzte Protein nativ gefaltet sein. Deshalb wurde die Faltung vor der Immunisierung im ELISA kontrolliert. Dabei wurde die Bindung des Proteins an RAP getestet, wobei der Umstand ausgenutzt wurde, dass RAP (Rezeptor Assoziiertes Protein) als Chaperon ausschließlich an nativ gefaltetes ApoER2 bindet. Mit dem so hergestellten Protein wurde ein Neuseeländer Kaninchen immunisiert, wobei Friends Adjuvants zur Verbesserung der Immunantwort verwendet wurde.

Zusätzlich zu diesem Proteinantikörper wurden vier Peptidantikörper gegen verschiedene Regionen des ApoER2 hergestellt. Die Peptide wurden dabei mit Hilfe des Jameson-Wolf-Index ausgewählt, welcher anhand der Aminosäuresequenz von Proteinen die Oberflächen-Wahrscheinlichkeit der einzelnen Sequenzabschnitte berechnet. Auf diese Art und Weise wurden Peptide ausgewählt, für die die Wahrscheinlichkeit an der Oberfläche des Proteins zu liegen besonders hoch war, um so die Wahrscheinlichkeit zu erhöhen, dass die Peptidantikörper auch gegen das Gesamtprotein reagieren.

Die Peptide wurden vor der Immunisierung der Neuseeländer Kaninchen an KLH gekoppelt, da die kleinen Peptide sonst vermutlich keine Immunantwort ausgelöst hätten. Auch hier wurde das Friends Adjuvants zur Verstärkung der Immunantwort benutzt. Die Antikörper wurden im ELISA, im Western-Blot auf Gehirn und Hoden Organlysaten von Mäusen, in der Immunfärbung auf transfizierten Hela-Zellen und natürlich auch in der Histologie auf Maus Gehirn und Hoden getestet.



Diplomandin:

Bianka Brunne
Ludwig-Dürr-Str. 21
48431 Rheine

Ort der Diplomarbeit:

Universität Heidelberg
Zentrum für molekulare
Biologie, AG Prof. Herz
Im Neuenheimer Feld 282
69120 Heidelberg

Universitäts-Betreuer:

Dr. Christa Kuhn
Prof. Dr. Joachim Herz

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Der ELISA diente dabei zunächst als schnelle Kontrolle für die Funktion der Antikörper und zur Bestimmung der Antikörpertiter. In der Immunfärbung auf transfizierten Hela-Zellen wurde die Reaktivität der Antikörper gegen natives Protein getestet, während im Western-Blot die Bindung an denaturiertes Protein überprüft wurde. Außerdem konnte im Western-Blot die Größe der detektierten Proteine bestimmt werden. In der Histologie wurde die Reaktion der Antikörper auf natives Protein getestet und zusätzlich festgestellt, wo die detektierten Proteine im Gewebe vorliegen. Dabei wurden zu jedem Antikörper und zu jedem Verfahren zusätzliche Kontrollen durchgeführt, indem einerseits die Präimmunsereen mit getestet wurden und andererseits die Spezifität der Antikörperreaktionen durch Konkurrenzversuche kontrolliert wurde. Für die Konkurrenz wurden dabei in fast allen Fällen die nicht gekoppelten Peptide verwendet. Für die Tests in Western-Blots stand außerdem Gehirnorganlysate von ApoER2^{-/-} Mäusen als Negativ-Kontrolle zur Verfügung. Die Tests haben ergeben, dass alle Antikörper im ELISA reagieren, und fast alle einen Titer von 1:5000 aufweisen. Im Western-Blot reagieren alle Antikörper mit Ausnahme des Peptidantikörpers gegen das NPXY-Motiv. In der Immunfärbung zeigen nur die Antikörper gegen extrazelluläre Regionen des Proteins eine Reaktion, und in der Histologie haben der Proteinantikörper sowie der Peptidantikörper gegen den C-terminus des Proteins deutliche, spezifische Signale gezeigt. Auch der Peptidantikörper gegen die achte Liganden Bindungswiederholung hat reagiert, wobei jedoch die Spezifität noch nicht sicher festgestellt werden konnte. Die verbleibenden zwei Antikörper wurden in der Histologie noch nicht getestet. Besonders interessant beim histologischen Test der Antikörper auf Hoden-Gewebe war, dass die verschiedenen Antikörper verschiedene Bereiche der Spermatozyten anfärben, was darauf hindeutet, dass zwei verschiedene Varianten oder Fragmente des ApoER2, von den Antikörpern angefärbt werden. Diese Unterschiede in der Erkennung von ApoER2-Varianten konnte auch im Western nachgewiesen werden, wo die verschiedenen Antikörper unterschiedliche Bandenmuster ergeben.

*Optimierung eines emissionsarmen
Class-A-SMC-Systems und Betrachtung
der Ergebnisse mittels Headspace GC*

Der Verbundwerkstoff SMC (Sheet Moulding Compound) vereint in idealer Weise geringes Gewicht, hohe Belastbarkeit und große Freiheit in der Gestaltung der Formteile. Er besteht aus Glasfaser, Füllstoff, Duromer, Thermoplast und Additiven und findet vor allem Anwendung in den Bereichen Bau, Elektro und Verkehr. Typische Bauteile sind u.a. Kellerfensterschächte, Schaltkästen und Karosserieteile – in dieser Reihenfolge steigen auch die Anforderungen an das Bauteil und das Harz(system) erheblich an. Vor allem die Automobilindustrie verlangt eine Senkung der vom SMC emittierten flüchtigen organischen Bestandteile (volatile organic compounds, VOC).

Treibend hierfür sind neue Regelungen im US-Bundestaat Californien (CARB).

In der vorliegenden Arbeit wurden Wege erarbeitet, die es ermöglichen die Emissionswerte in SMC – Bauteilen zu reduzieren. Für eine schnelle Überprüfung der Wirksamkeit modifizierter SMC – Systeme wurde in Steinfurt eine gaschromatographische Analytik erarbeitet und installiert, die auf der Head Space Technik beruht. Die Trennung erfolgt mit einer Carbowax-Kapillarsäule, und definiertem Temperaturprogramm. Als Probe wird ein 300 mg SMC-Prüfling eingesetzt, der in einem 22 mL Vial 120 Minuten bei 120 °C temperiert wird.

Zur Vermeidung von organischen Emissionen wurden die Polyester modifiziert. Der experimentelle Teil gliedert sich in vier Themengebiete:

Herstellung von Hand-SMC's, Verpressen der so hergestellten Prepregs, Erstellen einer Head Space GC Methode und Analytik der hergestellten SMC Formteile.



Diplomand:

Jörg Bünker
Roxeler Str. 49
48301 Nottuln

Ort der Diplomarbeit:

FH Münster - Abt. Steinfurt
FB 01 Chemieingenieurwesen
Labor für Kunststofftechnologie
und Makromolekulare Chemie/
DSM Composite Resins
Deutschland GmbH U 508
67056 Ludwigshafen

Firmenbetreuer:

Dr. Erik Reuther

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Dabei wurden diese Arbeiten zum Teil im Labor für Kunststofftechnologie in der FH Münster, zum anderen Teil bei der DSM Composite Resins in Ludwigshafen durchgeführt.

Es wurden SMC-Formulierungen hergestellt und verpresst. Die hergestellten SMC-Formteile wurden gaschromatographisch vermessen.

Nach einer Darstellung der Analysenergebnisse und anschließender Auswertung konnte am Ende dieser Arbeit folgende Aussage gemacht werden: Bestimmte Rezepturen und Vorgehensweisen sind besonders erfolgreich. Die Gehalte der wichtigsten Emittenten konnten deutlich gesenkt werden, die Emission einer bestimmten Substanz konnte vollständig vermieden werden.

Eine Fortsetzung der Arbeit erscheint sehr erfolgversprechend, da eine Reihe interessanter Ansätze bestätigt bzw. neu aufgefunden wurden.

Herstellung von Polyolefin - Nanocomposites zur Verbesserung der Barriereigenschaften von Polyolefin-Folien

In dieser Diplomarbeit wird die Herstellung von Polyolefin – Nanocomposites behandelt. In diesem Fall versteht man darunter die Einarbeitung von Nanoclays in den Kunststoff. Mit dem Begriff Nanoclay bezeichnet man organisch modifiziertes Montmorillonit, ein Aluminiumschichtsilikat. Die Nanoclays werden bei der Einarbeitung in die Polymerschmelze in dünne, Nanometer dicke, Schichten zerteilt, die somit eine Dimension im Nanometerbereich besitzen. Das geschmolzene Polymer dringt zwischen die Silikatschichten, was als Interkalation bezeichnet wird, durch Scherung werden die einzelnen Silikatplättchen gleichmäßig über den gesamten Kunststoff verteilt. Man spricht dabei von Exfolierung oder Delaminierung.

Die gleichmäßige Verteilung der Füllstoffplättchen im Kunststoff ist der Schlüssel zu den Eigenschaften der Nanocomposites. Das hohe Aspektverhältnis und die geringe Teilchengröße sorgen für eine große Grenzfläche zwischen Füllstoff und Polymer, und führen zu enormen mechanischen Verstärkungen. Daneben findet eine Anbindung der Polymerketten an die Silikatschichten statt, durch die die Ketten immobilisiert werden, was ebenfalls zu den positiven Eigenschaften beiträgt. Um Nanoclays in Polyolefine einzuarbeiten, muss man einige % eines Verträglichkeitsvermittlers einsetzen, da Nanoclays, durch die organische Modifikation, polar sind. In der Regel wird dazu mit Maleinsäureanhydrid gepfropftes Polypropylen oder Polyethylen eingesetzt.

Es kann mit dieser Arbeit gezeigt werden, dass der E – Modul von Polypropylen durch Einsatz von nur 3% Füllstoff um bis zu 80% erhöht werden kann. Die Steifigkeit wird verdoppelt. Die Nanoclays werden in Extrusionsrichtung orientiert, und zeigen deshalb ein anisotropisches Verhalten. Dies äußert sich darin, dass die Verstärkung gegen die Extrusionsrichtung geringer ist. Mit der Verstärkung einher geht ein deutlicher Abfall von Dehnung und Zähigkeit. Nanoclays bieten gegenüber konventionellen Füllstoffen nicht nur den Vorteil, dass sie schon in geringer Konzentration zu enormen mechanischen Verstärkungen führen, was zu leichten Bauteilen führt, sie sind auch in der Lage die Barriere des Kunststoffes gegenüber Gasen beträchtlich zu erhöhen. Bei den vermessenen Folien kann eine Verringerung sowohl der Sauerstoffdurchlässigkeit, als auch der Wasserdampfdurchlässigkeit um 30% festgestellt werden. Der Grund für die Barriereerhöhung ist zum einen die parallele Orientierung der Silikatplättchen, das Gas muss um die undurchlässigen Silikatschichten herum diffundieren, durch den verlängerten Diffusionsweg ist die Durchlässigkeit verringert. Man spricht hierbei vom Labyrintheffekt. Zudem sorgt die verringerte Kettenbeweglichkeit für eine langsamere Diffusion. Nanoclays sind ebenfalls in der Lage, zum Flammenschutz beizutragen. Dies war aber nicht Gegenstand dieser Untersuchung. Durch die geringe Größe der Füllstoffplättchen wirken diese als Keimbildner, und beeinflussen somit auch das kristalline Verhalten des Polymers, wie DSC – Messungen zeigen. Zudem wird die Sphärolithgrößenverteilung beeinflusst, die Sphärolithe werden kleiner.

Trotz der äußerst positiven Resultate, die das enorme Potential von Nanoclays als Füllstoff in Polymeren verdeutlichen, ist der praktische Nutzen von Polyolefin Nanocomposites begrenzt.

Dies liegt an den Schwierigkeiten bei der Verarbeitung der Nanoclays.

Aufgrund der Polaritätsunterschiede zwischen den Nanoclays und den unpolaren Polyolefinen, ist die zur Interkalation nötige Verträglichkeit zu gering, um ein hohes Maß an interkalierten und exfolierten Strukturen zu erreichen. Der Verträglichkeitsvermittler ist nicht in der Lage eine ausreichende Verträglichkeit zwischen dem Füllstoff und der Polymermatrix zu vermitteln. Aus diesem Grund ist alternativ Ethylen – Acrylsäure – Copolymer als Verträglichkeitsvermittler getestet worden, jedoch ohne Erfolg. Um die Nanoclays dennoch in den Kunststoff einzumischen müssen extreme Verarbeitungsparameter gewählt werden. Wichtig sind dabei eine hohe Scherung und eine lange Verweilzeit. Scherung ist deshalb nötig, damit die interkalierten Silikatschichten exfoliert werden können, in den Versuchen zeigt sich aber, dass eine hohe Verweilzeit für die Füllstoffdispersion entscheidend ist. Die hohe Verweilzeit ist aus zwei Gründen nötig, zunächst ist die Triebkraft für die Interkalierung sehr gering, so dass der Vorgang nur langsam verläuft, außerdem ist aufgrund des geringen Füllstoffanteils die Wahrscheinlichkeit des Zusammentreffens von Füllstoff und Verträglichkeitsvermittler gering, so dass auch dieser Vorgang zeitaufwendig ist. Dennoch gelingt die Einarbeitung von Nanoclays nur über ein Masterbatchverfahren. Dabei werden die Nanoclays in hoher Konzentration in den Verträglichkeitsvermittler eingebracht. Der Vorteil dabei ist, dass der Kontakt zwischen Füllstoff und Verträglichkeitsvermittler viel größer ist, dadurch ist eine Interkalierung leichter erreichbar. Beim Einmischen der Masterbatch in den Kunststoff wird der bereits teilerkalierte Füllstoff besser über die gesamte Polymermatrix verteilt. Die dazu in dieser Arbeit verwendeten Masterbatche sind von externen Anbietern gefertigt worden.

Dennoch ist auch hier, trotz guter Eigenschaften, die Füllstoffverteilung noch nicht ausreichend. Die Folien enthalten zahlreiche Füllstoffpartikel, die mit bloßem Auge zu sehen sind. Das ist für mögliche Anwendungen von großem Nachteil.

Insgesamt lautet das Fazit der Arbeit, dass die Verträglichkeit zwischen den Nanoclays und den Polyolefinen zu gering ist, um vollständig exfolierte Nanocomposites zu produzieren. Vor allem die Hersteller von Nanoclays sind gefordert, Modifikationen zu entwickeln, die besser auf die unpolaren Polyolefine abgestimmt sind.



Diplomand:
Norbert Denis
Ochtruper Str. 15
48619 Heek

Ort der Diplomarbeit:
Nordenia Technologies GmbH
Jöbkesweg 11
48599 Gronau

Firmenbetreuer:
Dr. Michael Kohla

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Hochtemperaturkorrosion von Sintermaterialfilterplatten aus Stahl

Auf der Umweltministerkonferenz im Dezember 1998 wurden neue Emissionsgrenzwerte für Nutzfahrzeuge mit einem zulässigen Gesamtgewicht über 3,5t (EURO 4) vorgeschlagen, die heute die Abgasgrenzwerte in Europa bis zum Jahre 2008 darstellen. Insbesondere die Grenzwerte für Stickoxide (NOx) und Partikel (PM) werden deutlich abgesenkt. Die drastische Verschärfung der Abgasgrenzwerte für Nutzfahrzeuge erfordert den Einsatz einer effizienten Abgasnachbehandlung.

Potenzielle Abgasreinigungskonzepte für die Absenkung der Partikelemission sind Filter, mit denen Minderungsraten um mehr als 80% möglich sind. Die von PUREM entwickelten Partikelfilter sind auf der Basis von Sintermetallfilterplatten aufgebaut. Dieses äußerst robuste Material hat sich beim Einsatz in Renn-Trucks hervorragend bewährt. Die Filterwirkung in Bezug auf Ruß liegt bei mehr als 90%. Auch die als besonders kritisch angesehenen Kleinstpartikel im Bereich von 10-1000nm werden zu über 99% zurückgehalten. Die Sintermetallfilterplatten aus wärmebeständigem austenitischem Stahl werden durch Schneiden, Stanzen und Prägen in die nötige Form gebracht. Die hohe Variabilität in der Formgebung ist ein großer Vorteil der Sintermetallfilter gegenüber den von anderen Firmen verwendeten Wabenstrukturen, die aus Cordierit oder SiC sind. Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollte ein mathematisches Modell entwickelt werden, in dem die Lebensdauer des in den Sintermaterialfilterplatte verwendeten Drahtes in Abhängigkeit von der Temperatur, der Zeit und des Durchmesser berechnet werden kann. Der Draht in den Sintermaterialfilterplatten besteht aus Stahl, der bei Hochtemperaturkorrosion eine schützende Oxidschicht ausbildet.



Diplomand:

Andreas Everwand
Nachtigallenweg 9
48231 Warendorf

Ort der Diplomarbeit:

Forschungszentrum
Jülich GmbH
Münchener Str.
52428 Jülich

Firmenbetreuer:

Dr. Willem Joe Quadackers

FH-Betreuer:

Prof. Dr. rer.nat. Ulrich Kynast

Die Oxidation des Drahtes verläuft nach dem parabolischen Zeitgesetz. Um die Breakaway-Zeit, das ist die Zeit nach der kein schützendes Oxid mehr gebildet wird und somit die Lebensdauer des Drahtes angibt, berechnen zu können, musste die parabolische Zunderkonstante ermittelt werden. Da bei den Sintermaterialfilterplatten die Oberfläche des Drahtgewebes nicht bekannt war, musste die parabolische Zunderkonstante mit Hilfe der Oxidschichtdicke berechnet werden. Dafür wurden Proben der Sintermaterialfilterplatten gegläht. Von den Proben wurden Querschliffe angefertigt. Anhand der Querschliffe wurde die Dicke der Oxidschicht bestimmt. Mit den so erhaltenen Oxidschichtdicken und den parabolischen Zeitgesetz wurden die parabolischen Zunderkonstanten für die jeweilige Temperatur berechnet. Die Breakaway-Zeit wurden mit Hilfe des Drahtdurchmessers und der jeweiligen Zunderkonstante für die verschiedenen Temperaturen berechnet. Im Rahmen der Diplomarbeit wurden auch Versuche zur Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit gemacht. Bei diesen Versuchen wurden der Ausgangsstahllegierung Spuren anderer Stoffe zugesetzt. Dabei kann heraus, dass sich die isotherme Oxidation nicht verändert hatte. Die zyklische Oxidationsbeständigkeit konnte aber verbessert werden.

Auslegung einer Anlage zur Reduktion des Sauerstoffgehaltes in Wasserstoff

Mit der vorliegenden Arbeit sollte eine Möglichkeit gefunden werden, mit Sauerstoff verunreinigten, wasserdampfgesättigten Wasserstoff zu reinigen und ein Basic-Engineering-Paket für die dazugehörige Anlage erstellt werden. Die Anlage soll dazu dienen zusätzlichen gereinigten Wasserstoff für den Verkauf und für weitere Verwendung zur Verfügung zu stellen.

Es wurden etablierte und neuere Verfahren aus den Bereichen der Katalyse- und Membrantechnik und auch Absorptions- und Adsorptionsverfahren näher untersucht. Nach eingehender Literaturrecherche, Kontaktaufnahme mit Herstellerfirmen und einem Variantenvergleich stellte sich die Katalysetechnik als das voraussichtlich am wirtschaftlichsten arbeitende Verfahren heraus.

Für die Reinigung mit einem Palladiumkatalysator wurden die benötigten Hauptapparate ermittelt und ausgelegt. Die Anlage besteht aus einem Reaktor, in dem der Sauerstoff mit dem Wasserstoff zu Wasser reagiert, einer Füllkörperkolonne mit vorgeschalteter Quenche, um den Gasstrom nach der Reaktion zu kühlen und auf einen Taupunkt von 30°C einzustellen. Die Füllkörperkolonne stellte sich als günstigere Alternative gegenüber einem Rohrbündelwärmetauscher dar.

Außerdem wird noch ein Kondensationswärmetauscher benötigt, der mit Dampf den Gasstrom wieder auf 40°C erwärmt, um ihn wieder in das Werksnetz einspeisen zu können.



Diplomand:
Thorsten Fischer
Ostring 20
45731 Waltrop

Ort der Diplomarbeit:
DOW Chemical
Werk STade Anlage ECU II
Butzflethersand
21683 Stade

Firmenbetreuer:
Dipl.-Ing. Dietmar Kahlich

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Richard Korff

Für die Rückkühlung des Kühlwassers wurde ein offener Verdunstungs-Kühlturm vorgesehen, der wesentlich preisgünstiger ist, als die geschlossene Variante.

Es wurde ein Mess- und Regelschema festgelegt, in dem die Haupt-Regelkreise des Systems und wünschenswerte Messstellen aufgezeigt werden. Abschließend wurde mit einer Kostenschätzung der ungefähre Investitionsbedarf für die Anlage zu € 1,473,000 ermittelt. Zusätzlich wurden anhand der werksinternen Preise die zu erzielenden zusätzlichen Einnahmen beim Verkauf des gereinigten Wasserstoffs, sowie die fixen und variablen Kosten für den Betrieb ermittelt. Mit diesen Daten wurde die Wirtschaftlichkeit der Anlage abgeschätzt.

Mit den vorliegenden Daten ist bei einem Mehrabsatz von 900kg Wasserstoff / h eine Rendite von 256% und eine Amortisationszeit von unter einem Jahr zu erwarten. Damit erscheint der Bau der geplanten Anlage unter den gemachten Voraussetzungen sinnvoll.

Entwicklung eines UV-härtenden Klarlacks für Kunststoffaußenbauteile

Ein Autodecklack, insbesondere der Klarlack, ist einer Vielzahl von physikalischen und chemischen Angriffen ausgesetzt.

Seitdem mit den 2K-Klarlacken eine gute chemische Resistenz verwirklicht wurde, rücken mechanische Defekte immer mehr in den Blickpunkt.

Dies wird durch den Trend zu dunklen Fahrzeuglackierungen verstärkt, bei denen feinste Spuren von Waschbürsten viel besser sichtbar sind als bei hellen Lackierungen.

Um dieses Problem zu lösen, werden UV-härtende Lacke entwickelt, die hochvernetzend und somit härter und kratzfester sind. Das Aushärten von Lackschichten mit UV-Strahlen auf räumlichen, dreidimensionalen Oberflächen, z. B. Autokarosserien, ist aber mit erheblichen Schwierigkeiten verbunden. Unsymmetrien, Hinterschneidungen und Vertiefungen sind nur schwer oder gar nicht gleichmäßig mit UV-Licht zu bestrahlen. Kleinere Anbauteile wie Außenspiegel oder Stoßfänger können relativ leicht gleichmäßig mit UV-Licht bestrahlt werden.

Diese kleineren Anbauteile bestehen heutzutage meist aus speziellen Kunststoffen, da Kunststoff leicht, stabil und leicht formbar ist. Ziel dieser Arbeit war es daher, für die Automobilindustrie einen kratzfesten, hochglänzenden UV 2K-Klarlack für Kunststoffuntergründe zu entwickeln, der sich darüber hinaus durch einen besonders kurzen Härtingsprozess auszeichnet. Darüber hinaus sollten Erkenntnisse über die Härtingsparameter für das UV 2K-Klarlacksystem erarbeitet werden.

Ein experimenteller UV 2K-Anfangsklarlack wurde mit einem 2K-Referenzklarlack verglichen, um erste Messdaten zu erhalten. Im weiteren Verlauf der Diplomarbeit wurde der UV 2K-Klarlack durch Rezeptoptimierungen, wie z.B. Variationen der Photoinitiatorkonzentrationen oder Bindemittelaustausch, und Optimierungen der Härtingsparameter, speziell UV-Dosis und Trocknungstemperatur und Härtingsdauer, härter und kratzfester.



Diplomand:

Jörn Hellwig
Silberbrink 69
48167 Münster

Ort der Diplomarbeit:

BASF Coatings AG
Glasuritstraße 1
48565 Münster

Firmenbetreuer:

Dr. Uwe Meisenburg

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Die Kratzfestigkeit wurde mit einem speziellen Waschbürstentest, welcher die Belastungen eines Autolacks in einer Waschanlage simuliert, sowie mit einem Sandtest, der gut mit dem Waschbürstentest korreliert, bestimmt.

Darüber hinaus wurde der Doppelbindungsumsatz, die Chemikalienbeständigkeit, Haftung, Mikro Eindringhärte, Glasübergangstemperatur, Netzwerkdicke, die Elastizität durch die Erichsentiefung und die optischen Eigenschaften bestimmt.

Durch die Rezeptoptimierungen und Optimierungen der Härtingsparameter konnte ein UV 2K-Klarlack entwickelt werden, der wesentlich kratzfester und härter als der 2K-Referenzlack ist. Die Aushärtungszeit wurde auf ein Drittel der Aushärtungszeit des 2K-Referenzlacks verkürzt. So konnten die primären Ziele der Diplomarbeit erfüllt werden. Leichte Probleme gab es bei den optischen Untersuchungen. Der UV 2K Klarlack erreicht nicht das identische Eigenschaftsbild des 2K-Referenzlacks. So war die Anfangsvergilbung und der Flip-Flop Effekt (Helligkeitsunterschiede des farbgebenden Basislacks, auf den der UV 2K-Klarlack appliziert wurde, bei unterschiedlichen Betrachtungswinkeln) zu stark ausgeprägt.

Aufgrund der knapp bemessenen Zeit wurde die Bewitterungsstabilität des Klarlacks, die ebenfalls von Bedeutung ist, nicht bearbeitet und bedarf somit einer weiteren Prüfung.

**Entwicklung und Vergleich von Methoden
zur Detektion potentieller biologischer
Kampfstoffe am Beispiel von
Microcystin und Ricin**



Diplomandin:
Corinna Jaske
Distelring 34
49740 Haselünne

In der vorliegenden Arbeit wurden verschiedene Nachweismethoden für die Toxine Ricin und Microcystin entwickelt und miteinander verglichen.

Ort der Diplomarbeit:
Wehrwissenschaftliches
Institut für Schutztechnologien
ABC-Schutz (WIS)
Humboldtstraße 1
29633 Münster

Institutsbetreuer:
Dr. Stefan Köhne

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Hermann Büttner

Zunächst wurden die Toxinproduzenten *Microcystis aeruginosa* und *Ricinus communis* molekulargenetisch über die Amplifikation von an der Toxinbiosynthese beteiligten Genabschnitten mittels Real-Time PCR detektiert.

Die Ergebnisse der Real-Time PCR wurden mittels Agarose-Gelelektrophorese überprüft.

Anschließend erfolgte der immunologische Nachweis der Toxine mit dem ELISA. Hierzu wurden zwei Sandwich-ELISA für Ricin entwickelt und ein kommerzielles ELISA-Kit für Microcystin getestet.

Außerdem wurde das Microcystin mittels RP-HPLC untersucht. Für die Analyse des Ricins wurde der Bioanalyzer mit dem LabChip® eingesetzt.

Hier wurde das Protein Ricin elektrophoretisch aufgetrennt.

Im Anschluss erfolgte der Toxinnachweis auf dem IAsys-Biosensor, einem Immunosensor.

Die einzelnen Nachweismethoden wurden abschließend bezüglich ihrer Sensivität, Spezifität, Dauer, Anwendbarkeit und ihres Aufwandes miteinander verglichen.

Entwicklung eines styrolfreien Harz-Systems für das SMC- BMC-Verfahren

Diese Diplomarbeit beschäftigt sich mit der Entwicklung eines styrolfreien SMC-BMC-Harz Systems. Man sucht eine Alternative zu den styrolhaltigen Harzen, die seit 35 Jahren in der SMC-Technologie genutzt werden. Die Emission von Styrol sowie der Styrolgeruch, die vor allem bei der Herstellung des SMC-Halbzeugs sowie in geringem Umfang beim fertigen Formteil auftreten, werden oft als störend empfunden. Daher wünschen sich einige Kunden als Alternative styrolfreie SMC- und BMC-Harze bzw. Systeme.

Ziel dieser Arbeit war es, ein sogenanntes „Grünes System“ zu entwickeln, welches

- 1.) kein Styrol enthält und
- 2.) darüber hinaus möglichst eine oder mehrere herausstechende technische Eigenschaften aufweisen soll, um den Kunden trotz des deutlichen höheren Preises einen Kaufanreiz zu bieten.

Die Diplomarbeit gliederte sich in 4 Arbeitspakete:

1. Exakte Charakterisierung der Netzwerk- T_G
2. Erhöhung der Netzwerk- T_G
3. Schwundkompensator-Screening
4. Herstellung und Eindickung von SMC-Prüflingen

Durch den Aufbau und die Inbetriebnahme eines DMA Gerätes in Steinfurt, war es möglich die Glasübergangstemperaturen der vernetzten Harzproben physikalisch exakt zu bestimmen.

Ziel der T_G -Erhöhung war es, ein styrolfreies Harzsystem zu entwickeln, dessen Glasübergangstemperatur wie beim styrolhaltigen System über 150°C liegt. Nur so kann gewährleistet werden, dass die gepressten Formteile beim Entformen dimensionsstabil bleiben. Als Styrolersatz wurden Methacrylate, multifunktionelle Methacrylate sowie allylische Verbindungen untersucht. Die neuen Harzsysteme erreichten ein Glasübergangstemperaturfenster von $160\text{-}170^\circ\text{C}$.



Diplomand:
Tobias Kiepe
Mühlenweg 35
48356 Nordwalde

Ort der Diplomarbeit:
FH Münster in Steinfurt
Labor für Kunststofftechnologie
und Makromolekulare Chemie
sowie bei
DSM Composite Resins
Deutschland GmbH, U508
67056 Ludwigshafen

Firmenbetreuer:
Dr. Dale Gerth

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Schwundkompensation ist notwendig, da duromere Formteile bei der Vernetzung stets einen Volumenschwund aufweisen – er beträgt bei konventionellem Styrol basierten Harzen 6-10 Vol%.

Infolgedessen ist das Formteil nicht dimensionsstabil und verzieht sich durch auftretende innere Spannungen. Zudem sind die Formteilerflächen wellig. Daher wurde mit den Harzen, die Glastemperaturen von $160\text{-}170^\circ\text{C}$ aufwiesen, ein Schwundkompensator-Screening durchgeführt, bei dem 2 Klassen kommerzieller Schwundkompensatoren zum Einsatz kamen. Eine Stoffklasse erwies sich als geeignet.

Bevor die Harzsysteme zu SMC verarbeitet werden, muss die Eindickung der Systeme gewährleistet sein. Nur so ist eine Handhabung der SMC's möglich. Nach Prüfen der Eindickfähigkeit und Zugabe entsprechender Additive wurden Hand-SMC's hergestellt, verpresst und visuell charakterisiert.

Ergebnisse:

Bei den systematischen Untersuchungen ergab sich ein neues viel versprechendes System, das als vorläufiges Optimum dieser Arbeit angesehen werden kann. Es wies einen äußerst geringen Verzug auf, war farblich sehr homogen, geruchsarm und vergleichsweise steif. Die Glasfaseranbindung innerhalb des Formteils war gut. Weiter zu verbessern sind Glanz und Oberflächenqualität, zu verringern ist die Rauchentwicklung beim Pressen. Das System basierte durchweg auf handelsüblichen und relativ preiswerten Einsatzstoffen.

PUR-Verguss- und Dichtungsmassen auf Basis neuer Polyole

In dieser Diplomarbeit wurde die Anwendbarkeit zweier neuer Klassen von Versuchspolyolen in PUR-Verguss- und Dichtungsmassen untersucht.

Der erste Polyoltyp, in der Folge als Polyol A bezeichnet, wurde in zwei möglichen Anwendungsbereichen getestet, als PUR-Vergussmasse im medizinisch-technischen sowie als PUR-Klarlack im Automobilbereich. Ziel war es jeweils, das mechanische Eigenschaftsprofil dieser Materialien durch partielle Substitution herkömmlicher Polyolkomponenten mit Polyolen des Typs A zu verbessern.

Die neuen Formulierungen wurden darüber hinaus so modifiziert, dass wichtige kundenspezifische Anforderungen weiterhin eingehalten wurden. Zur Materialprüfung wurden dabei mechanische und rheologische Messmethoden angewendet. Der anteilige Einsatz des Polyols A als PUR-Klarlack wirkte sich im Maschinenversuch positiv auf die Materialeigenschaften, insbesondere auf die Kratzfestigkeit, aus. Die Anwendung als PUR-Vergussmasse im medizinisch-technischen Bereich führte in Handversuchen zu verbesserten Schlagzähigkeiten, welche aber in Maschinenversuchen noch reproduziert werden müssen.

Das zweite neue Polyol, das hier als Polyol B bezeichnet wird, wurde zur Herstellung von PUR-Dichtungsmassen mit dem Ziel eingesetzt, die Gasdichtigkeit solcher Materialien zu erhöhen. Es standen dazu Polyole des Typs B mit unterschiedlichen Molekulargewichten und OH-Zahlen zur Verfügung.

Verträglichkeitsversuche zeigten, dass lediglich niedermolekulare Polyole des Typs B mit nahezu sämtlichen, herkömmlich verwendeten Polyetherpolyolen mischbar und damit für die Herstellung neuer PUR-Dichtungsfolien geeignet sind. Experimentelle Bestimmung der O₂-Gasdurchlässigkeit offenbarte eine um einen Faktor 3 bis 4 verminderte O₂-Permeabilität von Folien, bei deren Formulierungen herkömmliche Polyetherpolyole zu 40 Gew.-% durch ein Polyol des Typs B ersetzt wurden.

Zusammenfassend konnte im Rahmen dieser Diplomarbeit gezeigt werden, dass mit diesen neuen Versuchspolyolen anwendungsspezifische Eigenschaftsverbesserungen erzielt werden konnten. Die Ergebnisse bilden die Basis für weiterführende und reproduzierende Versuche auf dem Weg zu einer möglichen kommerziellen Nutzung.



Diplomand:

Dirk Kirchner
Grotenkamp 6
48727 Billerbeck

Ort der Diplomarbeit:

Elastogran GmbH
Landwehrweg
49448 Lemförde

Firmenbetreuer:

Dr. Michael Wind

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Entwicklung zweier unabhängiger atomspektrometrischer Methoden zur Bestimmung von Metallen in siliciumhaltigem Material

Zur Bestimmung der Metallkonzentration, z.B. Kupfer und Nickel, in Wassergläsern und Kieselolen werden atomspektrometrische Analysetechniken eingesetzt, einerseits die Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS), andererseits die hochauflösende induktiv gekoppelte Plasma Massenspektrometrie mit doppelt fokussierenden Sektorfeld (HR-ICP-MS).

Im Frühjahr 2002 wurden, durch die Einführung eines HR-ICP-MS-Gerätes, vergleichende Untersuchungen mit beiden Messtechniken an Wassergläsern und Kieselolen zur Bestimmung von Kupfer und Nickel durchgeführt. Beide Techniken führten bei Kieselsole-Proben zu übereinstimmenden Ergebnissen, während bei Wasserglas-Proben die Werte, besonders für Kupfer, mittels GF-AAS teilweise bis zu 70 % höher lagen als die mittels HR-ICP-MS bestimmten Werte.

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung zweier unabhängiger Methoden basierend auf den vorliegenden Erfahrungen, bei dem ohne weitere Probenvorbereitungsschritte die Metallkonzentrationen sequentiell oder nach Möglichkeit simultan bestimmt werden können.

Nach Durchsicht der bisher vorliegenden Daten, Auswertung einer ersten Literaturrecherche und Einarbeitung in die zu bearbeitende Problematik, kristallisierte sich heraus, dass die Probleme in der chemischen Probenvorbereitung und nicht in der Optimierung der jeweiligen Messmethode liegen. Daher wurden im Rahmen der Arbeit neben der Optimierung der Messmethoden einige Vorbereitungsschritte wie Nass-Aufschluss (offener und mikrowellenassistierter), Extraktion und Ionenaustauschchromatographie zur Ausschaltung von Matrixbestandteilen, die bei den spektrometrischen Messungen zu Störungen führen können, erarbeitet und optimiert.

Aus den gewonnenen Erkenntnissen sollen grundlegende Informationen über die Robustheit beider Messmethoden einschließlich Probenvorbereitung zur Bestimmung von Metallen in siliciumalkalischer Matrix erhalten werden.

Die durchgeführten Versuche zeigen, dass die Direktmessung mit der GF-AAS-Technik annähernd die „richtigen“ Ergebnisse ermittelt, da im Rohr ein „quasi“ offener Aufschluss statt findet. Das gebildete Natriumhexafluorosilikat (Na_2SiF_6) zerfällt beim Erhitzen in gasförmiges Siliciumfluorid (SiF_4) und in Natriumfluorid (NaF). Das Natriumfluorid besitzt einen Siedepunkt von 1695 °C, dass spätestens beim Atomisierungsschritt verdampft. Somit ist eine mögliche Störung Seitens des Siliciums oder des Natriums weitestgehend minimiert.

Die vorgegebene HR-ICP-MS-Methode zur Cu-/ Ni-Bestimmung in Wasserglas in dieser Form nicht ausreicht, um ein präzises Analyseergebnis zu erzielen. Dies wird zum einen durch den starken Drückefferkt des internen Standards deutlich und zum anderen durch die Aufnahme einer Kalibrierreihe in einer angepassten Matrix, die eine andere Kalibrierfunktion als die der matrixfreien Kalibrierreihe aufweist. Des weiteren wird durch die Verwendung einer Standardaddition ein höheres Analyseergebnis gegenüber der Kalibrierreihe ermittelt.



Diplomandin:

Nadja Kittler
Brückenstr. 2
32760 Detmold

Ort der Diplomarbeit:

Bayer Industry Services
Analytical Services
BIS-SUA-PUA II
51368 Leverkusen/ Geb. O13

Firmenbetreuer:

Dr. Johannes Schweer

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Anton Janßen

Korreferent:

Prof. Dr. Martin Kreyenschmidt

Durch eine HF-Zugabe werden nochmals höhere Werte gefunden, wobei die resultierende Kalibrierfunktion eine eindeutige Krümmung aufweist und nicht wie vorgesehen eine Gerade mit einem Korrelationskoeffizient von mindestens $r = 0,999$.

Diese Krümmung lässt vermuten, dass die HF-Zugabe zu gering ist, wobei bei höheren Mengen eine Ausgelierung des SiO_2 auftritt und somit zu unkontrollierten Metalleinschlüssen führen kann. Andererseits ist die HF-Zugabe vor der Messung nicht ausreichend, um die Siliciumstruktur auf zu „knacken“, so dass ein Aufschluss durchgeführt werden muss.

Da die GF-AAS-Technik keine Simultan-Messtechnik ist, muss für jede einzelne Probe und für jedes einzelne Element eine Standardaddition durchgeführt werden, verbunden mit einem höheren Zeitaufwand. Der Vorteil der „quasi“ simultanen Messung mittels der hoch-auflösender ICP-MS zur Metallbestimmung relativiert sich aber in so fern, da nur nach einem durchgeführten nasschemischen Aufschluss gemessen werden kann. Ein offener Aufschluss kann zu Blindwertkontamination führen und ist zudem sehr zeit aufwändig. Zusätzlich ist die Analyse durch die Signaldepression des internen Standards mit einem Unsicherheitsfaktor behaftet. Auch ist hier die Verwendung der Säulenchromatographie zu zeitaufwendig, da bei dieser Probenmatrix vorher erst ein Aufschluss mit Abfluorierung durchgeführt werden muss.

Um aber für die Untersuchung von Wasserglas-Proben die HR-ICP-MS-Technik mit ihren Vorteilen zu nutzen, könnte an diese Arbeit angeknüpft werden, indem ein optimierter mikrowellenassistierter geschlossener Druckaufschluss für Wasserglas-Proben entworfen wird, bei dem neben der Flusssäure noch Borsäure und EDTA zugesetzt werden, um einen vollständigen Aufschluss zu erzielen. Dieses Verfahren wird für geologisches Probenmaterial angewendet. Bei Einsatz eines mikrowellenassistierten Druckaufschlusses wird eine Kontamination mit der Raumluft weitestgehend ausgeschlossen und kann in kürzester Zeit mit wenig Aufwand durchgeführt werden. Die Analyse sollte aber gegenüber der vorhandenen Methode mit einer angepassten Kalibrierreihe (Anpassung der Natrium-Konzentration) oder mit einer Standardaddition durchgeführt werden, um ein präzises Analyseergebnis ohne den Unsicherheitsfaktor in Folge der starken Intensitätsdepression des internen Standards zu erhalten.

***Borbestimmung mittels Laser Ablation
Inductively Coupled Plasma-Mass
Spectrometry (LA-ICP-MS)***



In der vorliegenden Arbeit wird die Entwicklung einer Methode zur Borbestimmung in Gläsern beschrieben. Das verwendete Laser Ablation System basiert auf einem 193 nm Excimer Laser. Das System wird mit einem hochauflösenden ICP-Massenspektrometer gekoppelt.

Diplomand:

Niko Kivel
Kyllstr. 6
54647 Gondorf

Ort der Diplomarbeit:

Merck KGaA
Frankfurter Str. 250
64293 Darmstadt

Firmenbetreuer:

Dr. Ulrich Engel

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Anton Janßen

Als Grundlage für die Methodenentwicklung wurden diverse Probenvorbereitungstechniken auf ihre Eignung untersucht. Neben dem Pressen von pulverisiertem Glas wurden auch Versuche mit verschiedenen Presshilfsmitteln durchgeführt. Als weitere Technik zur Vorbereitung von Glaspulver wurden Einbettungsmethoden mit verschiedenen organischen Klebstoffen angewendet. Als Klebstoffe kamen Cyanacrylat und Methymethacrylat zum Einsatz. Als einzige Probenvorbereitungstechnik konnte das Einbetten von Glaspulver in Methymethacrylat den hohen Anforderungen an die Methode standhalten.

Als Basis für die Analyse wurden verschiedene Kalibrierungsmethoden untersucht.

Zum Einsatz kamen neben der Standard Addition auch Externe Kalibrierungsmethoden mit und ohne Internem Standard.

Als Standard Referenzmaterialien wurden zertifizierte Gläser der Amerikanischen Behörde für Standards und Technologie (NIST, engl.: National Institute for Standards and Technologie) verwendet.

Als optimale Alternative zum etablierten Verfahren konnte eine Methode entwickelt werden, die auf der externen Kalibrierung mit Internem Standard basiert. Hiermit ist sowohl die Analyse von Glasblöcken, als auch von Glaspulver möglich. Die neu entwickelte Analysenmethode liefert dabei im Bezug auf die Analysendauer ein wesentlich besseres Ergebnis. Die Resultate der beiden Verfahren sind statistisch mit einander vergleichbar.

Schlüsselwörter

Laser, Ablation, induktiv gekoppelt, Plasma, Massenspektrometrie, Glas, Bor

*Aufbau einer offline
HPLC-Maldi-MS-Kopplung
Anwendung in der Strukturaufklärung
niedermolekularer Substanzen*



Die vorliegende Arbeit beschreibt den Aufbau einer μ HPLC-MALDI-MS-Kopplung zur Identifikation und Strukturaufklärung niedermolekularer Substanzen unterschiedlicher Polaritäten.

Diplomandin:

Martina Klug
An der Seiters 6
66989 Höheinöd

Ort der Diplomarbeit

Merck KGaA
Frankfurter Str. 250
64293 Darmstadt

Firmenbetreuer:

Dr. Jens Osterodt

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Anton Janßen

Korreferent:

Prof. Dr. Martin Kreyenschmidt

Das Ziel der Kopplung ist die Bereitstellung einer alternativen Analysenmethode für Verbindungen, die sich mit ESI-MS bzw. APCI-MS nur unzureichend ionisieren lassen.

Zur Arbeit gehörten der Aufbau einer Geräte-Kopplung, bestehend aus einer μ HPLC, einem Fraktionierroboter und einem MALDI-Massenspektrometer. Basierend auf der Kopplung wurde eine Optimierung der einzelnen Methoden und des Gesamtsystems vorgenommen.

Mittels eines Testgemisches wurde die chromatographische Trennung optimiert und deren Reproduzierbarkeit bestimmt. Mit einem Vergleich der zeitabhängigen und peakabhängigen Fraktionierung wurde die Anwendbarkeit der Verfahren eruiert.

Da die Wahl der eingesetzten Matrix in der MALDI-Massenspektrometrie eine entscheidende Bedeutung für den Desorptions/Ionisations-Prozess hat, wurde speziell für die Analyse niedermolekularer Verbindungen verschiedene Matrixsubstanzen hinsichtlich ihrer Eignung untersucht.

Die Verwendbarkeit der Matrix im Fraktionierroboter und die Möglichkeit zur online Probenpräparation wurden ebenso untersucht, wie auch die Eignung zur Desorption/Ionisation und der zu analysierende Konzentrationsbereich.

Abschließend wurde durch die Bestimmung der Nachweisgrenzen und die Analyse zweier Realproben mittels μ HPLC-MALDI-MS und μ HPLC-ESI-MS ein Vergleich der Methoden durchgeführt.

Enzymatische Reaktionen in überkritischen Fluiden

Ziel der Arbeit war die Optimierung der Lipase – katalysierten Veresterung von Isoamylalkohol durch Essigsäure bzw. der Umesterung von Ethylacetat und Isoamylalkohol zu Isoamylacetat und Ethanol unter Berücksichtigung verschiedener Parameter wie Temperatur, Druck, Molverhältnis der Substrate und Enzyme, mit der die enzymatischen Reaktionen in überkritischen Fluiden durchgeführt werden sollten.

Als Basis für die Optimierung wurden die Veresterung und die Umesterung in einer Hochdruckapparatur durchgeführt.

Bei Reaktionstemperaturen in einem Bereich von 40 und 70 °C und Drücken von 90 und 180 bar wurden die Verweilzeiten zwischen 30 und 150 min variiert.

Das Produktgemisch bestand aus einer wässrigen Phase, für die jeweils geeignete Analyse – Methoden gefunden werden mussten. Die quantitative Analyse der flüssigen Phase wurde mittels der Headspace – GC – FID und der Karl – Fischer – Titration durchgeführt.

Die erste Stufe dieser Arbeit bestand darin, die Vorversuche über Stabilität und Aktivität des Enzyms zu untersuchen. Bei der Enzymstabilität sollte geprüft werden, ob unter SC-CO₂ – Bedingungen eine Veränderung der Struktur des Trägermaterials zu erkennen ist. Die Untersuchungen zeigten bei behandelten (bei 190 bar) und unbehandelten Lipasen keine Gewichtszunahme oder –Abnahme und keine Farbeänderung. Aber die Druckwechselversuche (zwischen 60 und 200 bar) führten zur Fragmentierung der Lipasen.

Bei der Enzymaktivität sollte kontrolliert werden, ob durch den Wechseldruck sich die Aktivität von Enzymen verändert hat. In unseren Untersuchungen zeigte sich keine Abnahme der Aktivität. Somit sollte im zweiten Teil die Umesterung unter überkritischen Bedingungen beginnen.

Der erste Versuch wurde bei 90 bar und 40 °C durchgeführt. Dabei stellte man eine sehr niedrige Ausbeute (bei 0,16 %) fest. Daraufhin wurde die Konzentration an Enzymen von 0,9050 g auf 1,5124 g erhöht, um die Produktausbeute zu verbessern.

Im nächsten Versuch wurde ein vollständiger faktorieller Versuchsplan durchgeführt. In einer Versuchsreihe wurde der Effekt des Drucks, der Temperatur und der Wechselwirkung auf die Umesterung untersucht. Die Ausbeute betrug stufenweise 4,4 %, 8,4 % und 2,5 %.

Der Mittelwert der Ausbeute beim Druck 180 bar war um 4,4 % höher als beim Druck 90 bar.

Im Vergleich dazu war der Mittelwert der Ausbeute bei einer Temperatur von 70 °C um 8,4 % höher als bei einer Temperatur von 40 °C.



Diplomandin:

Miryam Kuete Dongmo
Windmühlensch 28
48565 Steinfurt

Ort der Diplomarbeit:

Fraunhofer Institut Umsicht
Osterfelder Str. 3
46047 Oberhausen

Institutsbetreuer:

Dipl.-Ing. Claudio Cinquemanni

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Volkmar Jordan

Korreferent:

Prof. Dr. Richard Korff

Weil die Ausbeute immer noch schlecht war, wurde für die nächsten Versuche das Probennahmesystem verbessert. Es wurde dazu auch die eventuelle Anreicherung in der Massenbilanz berücksichtigt.

Bei 90 bar und 40 °C betrug die Ausbeute 61,9 %. Die Massenbilanz war deutlich mehr als in den vorherigen Versuchen. Eine Erhöhung des Drucks auf 180 bar hatte noch größere Esterkonzentrationen zur Folge. Es wurde ersichtlich, dass die höhere Reaktionstemperatur für die Estersynthese von Vorteil ist.

Es wurde ein vierter Abscheider angebaut, um die Ausbeute noch verbessern zu können. Die Ausbeute war niedriger, als erwartet. Der vierte Abscheider war nicht aussagekräftig.

Schließlich wurde ein Langzeitversuch (5 Versuche) durchgeführt, um die Massenbilanz genauer zu betrachten im Hinblick auf Reproduzierbarkeit und Probennahme Verhalten. Es ergab eine maximale Ausbeute von 79 %.

Obwohl die Parameteroptimierung auf der Basis zahlreicher Annahmen erfolgte, waren die experimentellen Produktkonzentrationen gut reproduzierbar. Das Probennahmesystem erwies sich somit als ein geeignetes Instrumentarium zur Steigerung der Ausbeute.

Es wäre sinnvoll, über eine Erweiterung des Versuchsprogramms, die Variation der Molverhältnisse der Substrate nachzudenken. Sinnvoll wäre auch eine gute Software zur wesentlichen Vereinfachung der Rechnung. Da wären viele aussagekräftige graphische Darstellungen der Ergebnisse möglich.

Da bisher nur wenige kinetische Daten für Hochdruckbedingungen vorliegen, besteht hier noch ein großer Nachholbedarf, der für die Entwicklung und die Verbesserung von enzymatischen Reaktionen von großer Bedeutung wäre.

Atmungsaktives Kunstledersystem durch Koagulation in situ

Herstellung und Optimierung eines wasserdampfdurchlässigen PUR-Kunstleder-Systems

Schon seit mehreren Jahrzehnten wird von der Chemischen- und von der Textilindustrie angestrebt, Naturlleder originalgetreu mit den typischen Eigenschaften, wie z.B. Beständigkeit gegen Abrieb, Licht und Hitze, synthetisch nachzustellen. Für viele Anwendungen ist dies bis heute auch gelungen, Lederimitate mit einer oder mehreren Eigenschaften herzustellen.



Diplomand:

Maik Lachmuth
Im Bockholt 13
48282 Emsdetten

Ort der Diplomarbeit:

Benecke Kaliko AG
ContiTech
Beneckeallee 40
30419 Hannover

Firmenbetreuer:

Dr. Claus Zürbig

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Eine besondere Eigenschaft von Naturlleder ist die Durchlässigkeit von Wasserdampf mit gleichzeitiger Undurchlässigkeit von Wasser.

Um das zu simulieren, wurden wasserdampfdurchlässige/wasserundurchlässige Systeme entwickelt. Diese „atmungsaktiven“ Materialien werden erfolgreich z.B. in der Bekleidungsindustrie eingesetzt.

Ein erstrebenswertes Vorhaben ist es, ähnliche Artikel als Sitzpolstermaterial für die Kfz-Industrie zu erstellen. Hiervon verspricht man sich einen höheren Sitzkomfort durch verringerten Flüssigkeitsstau auf der Sitzfläche.

Die Aufgabe dieser Diplomarbeit ist, ein Kunstledersystem auf Polyurethanbasis zu entwerfen, welches die Eigenschaft der „Atmungsaktivität“ erfüllt. Der empirische Wert, der auch Wasserdampfdurchlässigkeit (WDD) genannt wird, wird durch die DIN 53333 ermittelt. Das Ziel ist es, sich den Wert für Anilinleder (WDD= 7-10 mg/cm²h) möglichst anzunähern.

Die Bestandteile des zu erstellenden Systems setzen sich aus einer Deckschicht, einer Kaschierschicht und einem Trägermaterial zusammen.

Für die Erstellung der Deckschicht sind mehrere Möglichkeiten bekannt, einen „atmungsaktiven“ Film zu erzeugen. Beispiele dieser Verfahren sind die DMF-Koagulation, das Sprühverfahren oder die Auswaschung von Feststoffpartikel. Bei dieser Arbeit steht die Koagulation in situ im Vordergrund. Durch Laborversuche soll außerdem die Rezeptur und die Verfahrensparameter so optimiert werden, dass der Film eine möglichst hohe Wasserdampfdurchlässigkeit besitzt. Anschließend muss eine passende Kaschierung gefunden werden um die Deckschicht mit einem Träger zu verbinden. Auch sie muss die Eigenschaft der Wasserdampfdurchlässigkeit erfüllen.

Um die großtechnische Tauglichkeit des Systems zu überprüfen, wird versucht, die Laborergebnisse in das Technikum zu übertragen.

Molekular dotierte Elektrolumineszenzschichten

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Herstellung und Charakterisierung von Elektrolumineszenzschichten, die eine Anwendung in der Produktion organischer Leuchtdioden (OLED) finden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden sowohl bekannte Materialien, als auch einige neue metalloorganische Komplexe eingesetzt und untersucht.



Diplomand:
Roman Martens
Gescherweg 55
48161 Münster

Ort der Diplomarbeit:
FH Münster - Labor
für Materialwissenschaften
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Ulrich Kynast

Im Laufe dieser Arbeit wurden bereits vorher angewandte Herstellungstechniken der grün und rot emittierenden OLEDs auf Basis der Emittierkomplexe Alq_3 und $\text{Eu}(\text{tta})_3$ adaptiert und optimiert. Die Optimierung umfasste in erster Linie die Strukturierung der ITO-Anode mit Hilfe der Lithographie, die Anfertigung neuer Aufdampfschattenmasken und Änderung der Rezeptur hinsichtlich der aufzutragenden Schichtdicken.

Um die Auswirkungen der Veränderung der Ladungstransportschichten (HTL, ETL, Kathode) auf das Injektionsverhalten von Löchern und Elektronen zu überprüfen, wurden verschiedene Materialien mit unterschiedlichen Schichtdicken aufgetragen.

Dabei konnte gezeigt werden, dass das System ITO/TPD/ Alq_3 /Ca im Vergleich zu ITO/PVK/ Alq_3 /Al bereits bei wesentlich niedrigeren Spannungen eine deutliche Elektrolumineszenz zeigt.

Eine weitere Aufgabe bestand darin, zwei Terbium-Komplexe $\text{Tb}(\text{sal})_3$ und $[\text{Tb}(\text{pic})_4]$, die eine Photolumineszenz im grünen Bereich aufweisen, auf ihre Einsatzmöglichkeit als Emittiermaterial in OLEDs zu untersuchen. In diesem Zusammenhang wurden zahlreiche Versuche unternommen, diese Substanzen mit Hilfe der Rotationsbeschichtung aufzutragen. Im Hinblick auf zukünftige Untersuchungen wäre eine Modifikation der polymeren Tb-Komplexe zu Monomeren, z.B. durch die Einführung von Co-Liganden wie Bipyridin, denkbar. Dieses würde eventuell das Aufdampfen der Materialien oder die Verwendung anderer Lösungsmittel beim spin coating ermöglichen.

Auslegung eines Systems zur flüssigen Sauerstoffversorgung einer Brennstoffzelle

Bei der Sauerstoffversorgung von „Proton Exchange Membrane“-Brennstoffzellen gibt es grundsätzlich drei Probleme hinsichtlich der Sauerstoffaktivität, der Wasserhaushaltsregelung und der Temperaturkontrolle.

Durch den Einsatz einer flüssigen Sauerstoffversorgung der Brennstoffzelle sollen diese gelöst werden, indem die Wärmeabfuhr und der Wasserhaushalt über einen Sauerstoffcarrierkreislauf geregelt werden.

Ziel der Diplomarbeit ist die Erstellung und Auslegung eines entsprechenden Brennstoffzellen-Oxygenator-Systems. Für die Auslegung einer 1kW-Brennstoffzelle erfolgt eine genauere Betrachtung der, in der Brennstoffzelle, ablaufenden Prozesse. Ein Modell zur Ermittlung des Gasumsatzes bzw. des Stoffumsatzes beim Betrieb einer Brennstoffzelle wird aufgestellt und ein experimenteller Aufbau zur Aufnahme von Brennstoffzellen-Charakteristiken aufgezeigt sowie die Auswertung der Eigenschaften von Brennstoffzellen anhand dieser Charakteristiken. Ferner werden unterschiedliche Membran-Elektroden-Einheiten auf ihr Leistungsverhalten hin untersucht. Anhand der Daten für die 1kW-Brennstoffzelle wird ein entsprechender Oxygenator zur Begasung der Flüssigkeit ausgelegt und es erfolgt eine genauere Betrachtung der Stofftransportvorgänge in der Membran.



Diplomand:
Sebastian Mock
Primelweg 5
49401 Damme

Ort der Diplomarbeit:
EADS Dornier GmbH
DaimlerChrysler
Forschung und Technologie
88039 Friedrichshafen

Firmenbetreuer:
Dipl.-Ing. Walter Jehle

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Michael Bredol

Korreferent:
Prof. Dr. Richard Korff

Zur Berechnung der Wärmetauschereffizienz des Oxygenators wird ein Modell aufgezeigt und die theoretisch ermittelten Daten an einem Oxygenatormodul überprüft.

Die verschiedenen Membran-Elektroden-Einheiten zeigten ein deutlich schlechteres Leistungsverhalten als nach dem bisherigen Stand der Technik möglich ist. Die Leerlaufspannungen befanden sich zwar auf einem hohen Niveau, die Stromdichten lagen jedoch um mehrere Größenordnungen unter den erwarteten Werten. Mit dem Oxygenator konnte zwar ein Sauerstoffeintrag in das flüssige Medium verzeichnet werden, der den theoretischen Werten entsprach. Beim Betrieb der Brennstoffzelle mit dem ausgewählten Sauerstoffcarrier hat sich eine geringe Erhöhung der Leistungseigenschaften im Vergleich zum reinen Lösungsmittel gezeigt.

Synthese von Bipyridinderivaten zur Kopplung an Proteine

Das Ziel dieser Arbeit war, 4,4'-Dicarboxyl-2,2'-bipyridin und einen monoklonalen Antikörper über eine kovalente Bindung miteinander zu verknüpfen. Das Produkt sollte anschließend mit Eu (III)- Ionen und einen zusätzlichen Liganden einen Komplex bilden. Von diesem mit dem Antikörper verbundenen Komplex sollten die Absorptions- und Fluoreszenzeigenschaften untersucht werden.

Als Ausgangssubstanz für die Synthese von 4,4'-Dicarboxyl-2,2'-bipyridin dient 4,4'-Dimethyl-2,2'-bipyridin, welches aus einer Oxidationsreaktion mit Kaliumpermanganat gewonnen werden konnte. Die Verbindung 4,4'-Dimethyl-2,2'-bipyridin wurde für die ersten Synthesversuche käuflich erworben. Für spätere Versuche, wurde die Verbindung entsprechend [2] selbst synthetisiert.

Die Anbindung eines monoklonalen Antikörpers an den Liganden sollte über eine Aktivierung der vorhandenen Carboxylgruppen erfolgen.

Zwei unterschiedliche Synthesewege zur Aktivierung einer oder beider Carboxylgruppen wurden hierzu durchgeführt.



Diplomand:

Felix Niehoff
Vennepohl 21
48163 Münster

Ort der Diplomarbeit:

FH Münster
Labor Organische Chemie
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Korreferent:

Prof. Dr. Ulrich Kynast

Allerdings gelang es nicht, die entsprechenden Produkte zu identifizieren, a sich die Frage der Einfach- oder Zweifachaktivierung nicht klären ließ.

Um dieses Problem umgehen zu können, wurde versucht einen Liganden zu synthetisieren, der nur eine einzige Carboxylgruppe trägt, so dass im späteren Verlauf nur diese eine Gruppe aktiviert wird.

Hierzu wurde versucht, die Verbindung 4-Methyl-2,2'-bipyridin über eine Kondensationsreaktion von Pyridin und Methylpyridin mit Raney- Nickel zu synthetisieren.

Polyolsubstitution in PUR-Weichschäumen



In dieser Diplomarbeit wurde die Möglichkeit der Substitution von Einzelpolyolen als Bestandteil von Polyurethan (PUR) - Systemen zur Herstellung von PUR-Weichschäumen durch eine Polyolmischung untersucht.

Als Einsatzstoffe standen speziell angefertigte Polyole sowie kommerziell eingesetzte „Standard“-Polyole zur Verfügung.

Diplomand:

Stefan Patzer
Adolfstr. 51
49809 Lingen (Ems)

Ort der Diplomarbeit:

Elastogran GmbH
Landwehrweg
49440 Lemförde

Firmen-Betreuer:

Dr. Rainer Klopsch

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Ein statistisch optimierter Versuchsplan wurde mit der Absicht erstellt, die Einflüsse der verschiedenen Polyole sowie Mischungen daraus und des Indexes auf die mechanischen Eigenschaften von Weichschäumen berechenbar zu machen. Nach Abarbeiten dieses vom Programm „Modde“ erstellten Versuchsplans wurden Experimente durchgeführt, die den Nachweis bringen sollten, dass Eigenschaften von Weichschäumen, die mit einem Polyol erreicht werden auch mit einer Mischung anderer Polyole erzielt werden können.

Hierzu wurden dem Programm die mechanischen Eigenschaftsprofile der nachzustellenden Schäume aus einzelnen Polyolen eingegeben. Anhand dieser Daten wurden Rezepturen für die Nachstellungsexperimente ebenfalls vom Programm „Modde“ berechnet.

Zudem sagte das Programm für die jeweilige Rezeptur noch vorher, wie die mechanischen Eigenschaften der Weichschäume ausfallen werden. Für die Bewertung der Experimente wurden daher die erhaltenen Ergebnisse einerseits mit den Vorhersagen, andererseits mit den vorgegebenen Eigenschaftsprofilen verglichen.

Die erste Versuchsreihe zeigte deutliche Abweichungen von den Vorhersagen und den angestrebten Profilen. Eine Anpassung des Rechenmodells ermöglichte bei der zweiten Versuchsreihe eine Erhöhung des Übereinstimmungsgrades.

Trotz gewisser Abweichung von den Vorhersagen war es möglich, das angestrebte Profil eines Standardpolyols nachzustellen. Bei Hysterese und Druckverformungsrest wurden sogar bessere Werte erzielt, als aufgrund der Eigenschaften des Standardpolyols gefordert wurde.

Reduzierung der Prozesszeiten bei gleichbleibend hoher Qualität für Filmcoating mit Eudragit® Formulierungen im Diosna Vertical Centrifugal Coaters VCC 5



Die vorliegende Diplomarbeit hatte zum Ziel, die Prozesszeiten für Filmcoating mit Eudragit® Formulierungen auf dem DIOSNA Vertical Centrifugal Coater VCC 5 im Vergleich zu herkömmlichen Coatern zu reduzieren. Gleichzeitig sollte eine hohe Qualität der überzogenen Tabletten garantiert werden.

Filmcoating auf Tabletten hat zum Einen medizinische Hintergründe. Dies sind steuerbare Wirkstofffreisetzung und Schutz der Wirkstoffe gegenüber Verdauungssäften und Umwelteinflüssen. Des Weiteren spielen aber auch optische Aspekte, wie der Wiedererkennungseffekt zur Arzneimittelsicherheit und für Werbezwecke eine Rolle.

Der VCC 5 weist, verglichen mit herkömmlichen Coatern, einige Unterschiede im Bezug auf die Produktbewegung und die Führung der Trocknungsluft auf.

Diplomand:

Michael Petzke
Lucas-Cranach-Str. 12
49525 Lengerich

Ort der Diplomarbeit

Diosna, Dierks & Söhne GmbH
Sandbachstraße 1
49074 Osnabrück

Firmen-Betreuerin:

Dipl.-Ing. Gabi Koberg

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Michael Bredol

Die Optimierung der Prozesszeit erfolgte an drei unterschiedlichen Eudragit® Formulierungen, welche jeweils auf runde, bikonvexe Tabletten mit einem Gewicht von 302 mg aufgesprüht wurden. Dabei handelte es sich um Eudragit® L 30 D-55 für den Bereich der magensaftresistenten Überzüge, Eudragit® E PO für den Bereich des Feuchteschutzes und Eudragit® RL 30 D für den Bereich der Geschmackskaschierung.

Der Versuchplanung lag bei allen Versuchen die statistische Versuchplanung zugrunde.

Als Optimierungsparameter für den VCC 5 wurden die Sprütrate, die Luftmenge, die Produkttemperatur und der Sprühdruk gewählt.

Aus theoretischen Grundlagen und aus Vorversuchen konnten Bereiche für die Parameter ermittelt und daraus ein Versuchsplan erstellt werden.

Bei Eudragit® L 30 D-55 ergaben sich bereits nach Auswertung der ersten Versuchsreihe optimierte Parameter bezüglich der Prozesszeitreduzierung. Diese Parameter waren auch auf niedrige Chargengrößen und oblongförmige Tabletten übertragbar.

Ähnlich verlief die Prozessoptimierung für Eudragit® RL 30 D.

Nach Durchführung und Auswertung der Versuche ergaben sich sehr niedrige Prozesszeiten für den Coating Prozess bei einer sehr guten optischen und funktionalen Qualität.

Nur bei Eudragit® E PO ergaben sich Probleme im Verlauf des Coating Prozesses. Sedimentation der Sprühsuspension im Schlauch und in der Sprühdüse führten zu einem ungleichmäßigem Sprühbild und machten eine Auswertung der Versuche mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung unmöglich. Dies hatte aber keinen Einfluss auf eine Reduzierung der Prozesszeit bei guter optischer und funktionaler Qualität.

Ein Scale up von einer Tablettenmenge von 4 kg im VCC 5 auf 25 kg im VCC 25 wurde für Eudragit® L 30 D-55 in einem Versuch überprüft und war möglich.

Bezogen auf Coating Prozesse mit herkömmlichen Coatern bedeutet die Reduzierung der Prozesszeit bei Eudragit® L 30 D-55 und bei Eudragit® RL 30 D eine Zeitersparnis von ca. 75 % und für Eudragit® E PO immerhin noch von ca. 60 %.

Alle Tabletten, welche mit den optimierten Parameter überzogen wurden, weisen eine sehr gute optische und funktionale Qualität auf. Alle nach dem Europäischen Arzneibuch geforderten Kriterien wurden erfüllt.

*Entwicklung und Verbesserung von
spezifischen Stoffeigenschaften eines
Standardwerkstoffes durch gezielte
Compoundierung*



In dieser Diplomarbeit ging es um die Verbesserung von spezifischen Stoffeigenschaften von Standard-Polyethylenen durch gezielte Compoundierung.

Diplomand:

Jens Potreck
Schwiepinghook 48
48683 Ahaus-Alstätte

Ort der Diplomarbeit:

Profilan Kunststoffwerk GmbH
Zur Dinkel 27 - 31
48739 Legden

Firmenbetreuer:

Franz-Josef Föcking

FH-Betreuer:

Prof. Dr. rer.nat. Wilhelm Erning

Gegliedert war die Diplomarbeit in drei Projekte:

Projekt 1:

Modifizierung eines PE-HD (hochdichtes Polyethylen) zur Erreichung PP (Polypropylen) ähnlicher Eigenschaften

Projekt 2:

Verbesserung der Gleit-Reibungs-eigenschaften eines PE-UHMW (ultrahochmolekulares Polyethylen) zur deutlichen Lärmreduzierung bei Anwendung des Produkts in technischen Prozessen

Projekt 3:

Entwicklung eines neuartigen Compounds durch Verpressen von polarem und unpolarem Polymer. Hierdurch Herbeiführung völlig eigenständiger Produkteigenschaften

Bei positiven Ergebnissen der Prüfungen soll ein Datenblatt erstellt werden, um dem Kunden das neue Produkt vorzustellen.

Hierbei muss besonders auf die Form des Prozesses Wert gelegt werden, da die Entwicklung neuer Produkte vollständig in der DIN EN ISO 9001 festgelegt ist, durch die die Firma Profilan zertifiziert ist.

Nach der Bearbeitung der drei Projekte, die durch ein Folgeprojekt ergänzt wurden, resultierten die folgenden Ergebnisse:

Das erste Projekt, PE-HD + CaCO₃, konnte erfolgreich abgeschlossen werden. Ein Compound auf PE-Grundlage mit PP-Eigenschaften ist entwickelt worden. Nach der Zusammenstellung eines Datenblattes ist dieses neue Produkt schon mehrmals von der Firma Profilan an Kunden vermittelt worden. Auch das aus diesem Projekt resultierende Anhangprojekt, PE-UHMW + CaCO₃ konnte zur vollsten Zufriedenheit des Kunden abgeschlossen werden.

Das zweite Projekt, PE-UHMW + Ca-Stearat, konnte mit Teilerfolg abgeschlossen werden. Die guten Eigenschaften des PE-UHMW konnten größtenteils beibehalten werden. Auch die gewünschten guten Gleit-Reibungseigenschaften scheinen sich einzustellen. Die Überlegungen, dass auch gleichzeitig ein weicherer Werkstoff hergestellt werden könnte, erfüllten sich nicht. Durch das Ca-Stearat sind die gemessenen Härten noch angestiegen, anstatt zu sinken.

Das dritte Projekt, PE-UHMW + Aramid konnte ebenfalls mit einem Teilerfolg abgeschlossen werden. Die schwierige Situation, ein polares mit einem unpolaren Polymer zu verpressen, ist gut gemeistert worden. Ein formstabiler, bearbeitbarer Werkstoff konnte hergestellt werden. Die positiven Eigenschaftsänderungen, die das Aramid herbeiführen sollte, konnten jedoch nicht beobachtet werden. Die gewünschte Anbindung des Aramids an die PE-Matrix ist unter den Umständen des Press-Sinter Prozesses nicht realisiert worden.

**Leistungssteigerung der ICP-MS durch
Octapol-Kollisions-/Reaktionszellen
für die Ultrapurenanalyse
von Elektronikchemikalien**

In dieser Arbeit sollte das Potential einer Octapol-Kollisions-/Reaktionszelle zur Effizienzsteigerung der Massenspektrometrie mit induktiv angekoppeltem Plasma untersucht werden. Die Arbeit wurde an einem Agilent ICP-MS 7500cs durchgeführt.

Dieses Gerät ist mit einer Octapol-Kollisions-/Reaktionszelle ausgestattet und ermöglicht die Direktmessungen von matrixbelasteten Proben ohne langwierigen Vorbereitungsaufwand.

Die Kollisions-/Reaktionszelle, im allgemeinen CRC (collision-reaction-cell) genannt, ist eine kostengünstige Alternative zur Eliminierung von matrixbasierenden Interferenzen im Vergleich zur hochauflösenden Massenspektrometrie.

Es wurden verschiedene Matrices analysiert, sowie mehrere unterschiedliche Messmodi getestet. Außerdem wurden Messungen zur Signalstabilität in den benutzen Messmodi durchgeführt. Die routinemäßig angewandte Standardmethode zur Analyse wässriger Probenlösungen ließ sich einwandfrei mit sehr guter Signalstabilität (Drift $< \pm 3\%$ über 5 Stunden) auf das Gerät übertragen. Die Stabilitäten von gemessenen Intensitäten in den einzelnen Messmodi (Kaltplasma, Heißplasma mit und ohne CRC) lagen in einem akzeptablen Bereich (Abweichung $< \pm 10\%$ über 5 Stunden).

Der durch die Software angebotene Multitunemodus, in dem verschiedene Modi direkt aufeinanderfolgend bearbeitet werden, erwies sich zunächst wegen einer zu geringen Signalstabilität (Abweichung bis zu 40% über 10 Stunden) als ungeeignet für die Messungen.



Diplomand:

Heiko Potthast
Krumme Str. 22
45665 Recklinghausen

Ort der Diplomarbeit:

Honeywell Inc.,
Werk Seelze
Wunstorfer Str. 40
30928 Seelze

Firmenbetreuer:

Dr. Wilhelm Blödom

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Anton Janßen

Untersuchungen zeigten, dass die Instabilitäten des Multitunemodus durch den Soft Extraction Mode hervorgerufen wurden.

Akzeptable Signalstabilitäten im Multitunemodus konnten erhalten werden, wenn die Geräteparameter, vor allen Dingen die Parameter für die Fackelpositionierung, nicht verändert wurden.

Eine Verringerung der von diverse Matrices verursachten Interferenzen durch die CRC konnte beobachtet werden. Bei vielen der analysierten Matrices konnten Messungen mit anderen Analysemethoden durch die ICP-CRC-MS ersetzt werden. Ausnahmen bildeten hier stark salzbeladene Proben (Calciumfluorid-Matrix), das Gemisch aus Ammoniumfluorid und Ammoniumcitrat, sowie chlorhaltige Matrices wie Salzsäure oder Perchlorsäure. Desweiteren war es nicht in allen Anwendungen möglich Ergebnisse von routinemäßig untersuchten Proben durch Direktmessung mit der CRC zu reproduzieren.

Die Rolle der Bildung von Indolessigsäure über Indolacetaldehyd für die Pathogenität von *Ustilago maydis*

Beulenbranderkrankungen werden durch Basidiomyceten der Ordnung Ustilaginales (Brandpilze), zu denen *Ustilago maydis* gehört, hervorgerufen. Auffälligstes Symptom einer Infektion ist die Bildung von Tumoren an der Maispflanze.

In früheren Arbeiten wurde gezeigt, dass sich in diesem Tumormaterial ein erhöhter Gehalt an den zu den Phytohormonen gehörenden Auxinen, speziell Indol-3-essigsäure (IAA), befindet. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass das Enzym *lad1* aus *U. maydis* in der Lage ist, Indol-3-acetaldehyd (IAAld) in IAA umzuwandeln. Daher ist es naheliegend anzunehmen, dass während der *U. maydis* induzierten Tumorbildung pilzlich produzierte Pflanzenhormone eine Rolle spielen. Um ihren potentiellen Einfluss auf die Pathogenität zu untersuchen, ist es notwendig, Biosynthesewege von im Pilz nachgewiesener Phytohormone aufzudecken. In vorangegangenen Arbeiten stellte sich heraus, dass die Fähigkeit der Umwandlung von IAAld zu IAA in $\square iad1$ Mutanten in glukosehaltigem Medium gegenüber dem Wildtypstamm um mehr als 100-fach reduziert war. Zusätzlich zeigte sich die Gegenwart eines zweiten Proteins, *lad2*, das in glukosehaltigem Medium reprimiert und in arabinosehaltigem Medium exprimiert wird. Ziel dieser Arbeit war es, das Gen *iad2* zu identifizieren und zu charakterisieren. Aus einer Gruppe von zwölf Genen, deren Aminosäuresequenzen eine starke Homologie zu *lad1* aufwiesen, konnten fünf Gene identifiziert werden, die durch Arabionose exprimiert und durch Glukose reprimiert sind.

Von diesen fünf Genen wies nur das Gen *uad5* die Fähigkeit auf, in arabinosehaltigem Medium ein Enzym zu exprimieren, das IAAld zu IAA umwandelt.

Aus diesen Ergebnissen konnte geschlossen werden, dass es sich bei *uad5* um das gesuchte Gen *iad2* handelt.

Mit dem $\square iad1 \square uad5$ Stamm konnte erstmals ein *U. maydis* Stamm hergestellt werden, bei dem in arabinosehaltigem Medium die Umwandlung von IAAld zu IAA vollständig unterbunden ist. Statt IAA bildete dieser Stamm Tryptophol aus IAAld. In den $\square uad5$ Stämmen war die Bildung von IAA aus IAAld leicht reduziert im Vergleich zu den Wildtypstämmen, während in *iad1* Deletionsmutanten aus IAAld etwa zu gleichen Anteilen IAA und Tryptophol gebildet wurde. *uad5* Deletionsmutanten und Doppelmutanten ($\square iad1 \square uad5$) zeigten bei Kreuzungen kompatibler Partner keine Reduktion in der Filamentbildung im Vergleich zu Wildtypkreuzungen. Auch in der Pathogenität war kein Unterschied erkennbar. Die Deletionsmutanten waren wie der Wildtyp in der Lage, Tumorbildung an den Maispflanzen zu induzieren. Daraus kann geschlossen werden, dass die IAAld vermittelte Bildung von IAA für die Tumorbildung irrelevant ist und eher auf eine durch Wirtsenzyme vermittelte IAA Bildung im Tumor schließen lässt.



Diplomand:

Gavin Reinecke
Am Rain 20
35039 Marburg

Ort der Diplomarbeit:

Max-Planck-Institut für
terrestrische Mikrobiologie
Marburg

Institutsbetreuer:

Dr. Christoph Basse

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Untersuchung von Sauerstoffcarriern für Brennstoffzellensysteme

Weltweit werden verstärkt Brennstoffzellensysteme entwickelt. Diese Brennstoffzellen können mit unterschiedlichen Brennstoffen wie Wasserstoff, Methanol oder mit einem Reformat aus einem flüssigen Brennstoff betrieben werden.



Diplomand:

Oliver Rolfes
Handorfer Str. 43
48157 Münster

Ort der Diplomarbeit:

EADS Dornier GmbH
DaimlerChrysler
Forschung und Technologie
An der Bundesstraße 81
88039 Friedrichshafen

Firmenbetreuer:

Dipl.-Ing. Walter Jehle

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Michael Bredol

Korreferent:

Prof. Dr. Richard Korff

Als Sauerstofflieferant wird meist Luft bzw. komprimierte Luft eingesetzt. Eine alternative Sauerstoffversorgung wurde von der DaimlerChrysler-Forschung vorgeschlagen und soll erst einmal auf die Machbarkeit überprüft werden.

Diese alternative Sauerstoffversorgung der Brennstoffzelle stellen sauerstoffselektive Flüssigmembranen dar.

Dieses System verspricht folgende Vorteile:

- Hohe Sauerstoffaktivität, guter Wirkungsgrad der Brennstoffzelle
- Temperaturkontrolle über Flüssigmembran
- Wasserhaushalt über Flüssigmembran
- Kühlung über Bipolarplatte entfällt

Die Aufgabe dieser Diplomarbeit war es ein solches Brennstoffzellensystem zu untersuchen.

Im Verlauf der Arbeit wurden verschiedene sauerstoffselektive Flüssigmembranen UV/Vis-spektroskopisch bezüglich ihrer Oxygenierung und Deoxygenierung untersucht und weitere geeignete sauerstoffselektive Flüssigmembranen ausgewählt.

Die vorgegebenen Flüssigmembranen eigneten sich nicht für einen Einsatz in der Brennstoffzelle, da die Reaktionsraten der Oxygenierung sowie Deoxygenierung der Flüssigmembran zu gering waren um die Brennstoffzelle ausreichend mit Sauerstoff zu versorgen. Geeignete Flüssigmembranen wurden in der Arbeit beschrieben.

The Chromatographic behavior of Wild Type and PEGylated Lysozyme on Reversed Phase Media

The chromatographic behavior of wild type lysozyme and PEGylated lysozyme on silica-based C4 and C18 reversed phase media was studied. Of particular interest was the two peak elution profile of lysozyme on these media. To better understand this behavior we studied the effects of media's alkyl chain length on wild type and modified lysozyme, loading conditions involving protein concentration and mobile phase composition, loading volume and incubation.

The impact of a covalently bonded PEG chain on the protein's retention behavior was examined. Two different modes of chromatography, FPLC and HPLC, using essentially the same media, were explored.

For our FPLC experiments, all chromatograms which resulted from loading wild type protein showed two peaks: a weakly retained or non-retained peak and a strongly retained peak that corresponds to protein that was structurally altered in the adsorbed state. The main effects of increasing initial loading concentrations were an increase in the amount of native protein via chromatography on C4 media whereas on C18 media the relative amounts of protein in the two peaks lysozyme remained the same. The reversibility of the adsorptive perturbation of lysozyme on the stationary phase was tested via re-injection chromatography experiments. This system appears to be slightly reversible as re-injection of either peak often resulted in the reappearance of two peaks. Further, the solvent composition used during loading on the C4 and C18 media had a significant impact on the relative amounts of protein in each fraction. Longer incubation time of the protein on the stationary phase resulted in stronger interactions, and a bigger fraction of strongly retained protein was observed.

Chromatography of the PEGylated product was influenced by alkyl chain length. Using similar media with greater particle size, our HPLC results were totally different. The elution profile of native and PEGylated lysozyme was not dependent on alkyl chain length. For wild type lysozyme, only one peak of structurally perturbed lysozyme was observed. The results of chromatographing PEGylated lysozyme on these two systems showed different results on FPLC and HPLC. For C4 media, the PEG chain does not seem to have an impact on adsorption, whereas on C18 media the PEG chain seems to be involved in the adsorption mechanism.



Diplomandin:

Jessica Schöbel
Lauenburgerstr. 4
44534 Lünen

Ort der Diplomarbeit:

Carnegie Mellon University
Department of Biomedic
5000 Forbes Avenue
Pittsburgh, PA 15213

Firmenbetreuer:

Prof. Dr. Todd M. Przybycien

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Korreferent:

Prof. Dr. Josef Gochermann

PEGylated lysozyme showed different behavior on C4 and C18 media using FPLC. On C4 media the PEGylated protein appears to interact with the media surface via the protein portion of the conjugate. In contrast to this, the adsorption mechanism on C18 might appear to involve both the proteinaceous and polymeric portions of the conjugate. A shielding effect, wherein the PEG chain obscures a substantial portion of the surface of the protein might be another possibility. Our HPLC results showed a totally different trend. Here, the media alkyl chain length does not really influence the behavior of either the native lysozyme or the PEGylated lysozyme.

The eluting fractions from the HPLC media are consistent with the strongly retained, surface perturbed fractions found with the FPLC media for both the C4 and C18 media. The adsorption of PEGylated lysozyme showed an interesting result. Here the adsorption mechanism seems to be driven by the PEG chain. The protein itself does not appear to adsorb and no structure change in the adsorbed state is expected. Furthermore, an aging study of PEGylated lysozyme shows that the stability for this synthesized molecule was enhanced. For future work it would be very valuable to get an insight into the actual magnitude of structure perturbation due to adsorption. Online Raman spectroscopy, monitoring protein secondary structure while it remains on the column will be investigated in this group. Also, it would be interesting to determine the protein's activity after desorption from the column media for both the unmodified and PEGylated species.

For future work with the PEGylated protein, the separation of PEGylated protein from non-PEGylated species should be further explored. Another really interesting study would be to examine native and PEGylated ribonuclease A on these media since this protein is promising to have pharmaceutical potential and seems to behave similarly to lysozyme when exposed to RPC media.

Herstellung, Reinigung und Charakterisierung eines polyklonalen Antikörpers gegen h VLDLR

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei polyklonale Antikörper gegen die Liganden-Bindungs-Region des humanen Very-Low-Density-Lipoprotein-Rezeptor (hVLDLR1-8) hergestellt, gereinigt und charakterisiert. Dazu wurden zunächst die Antigene als Fusionsproteine kloniert und gereinigt.

Das erste Antigen MBP-hVLDLR1-8-His₆ wurde im innerzellulären Bereich von E.coli produziert und konnte über eine Nickelsäule mit ~95% Reinheit aufgereinigt werden. Es konnte dabei eine Ausbeute von 1,6mg Protein pro 100mL Kultur erreicht werden.

Bei dem zweite Antigen MBP-hVLDLR1-8 wurde die Faltungsmechanismen von E.coli genutzt und das Protein im Periplasma des Bakteriums gefaltet. Es wurde anschließend über eine Amylose-Matrix affinitätschromatographisch aufgereinigt.

Dies gelang mit einer Reinheit von ~90% und eine Ausbeute von 1mg Protein pro 100mL Kulturvolumen konnte erreicht werden.

Die zu produzierenden Antikörper sollten gegen die natürlich Konformation des Rezeptors gerichtet sein. Dies wurde geprüft, mittels Bindung an andere Liganden, wie z.B. das rezeptor associated protein (RAP) oder Reelin, zwei natürliche Liganden des VLDLR.

Das Antigen MBP-hVLDLR1-8-His₆ wies nach einer Lagerung bei 4°C in Anwesenheit von 2mM CaCl₂ über 10 Tage seine natürliche Konformation auf. Wurde das Protein mit seinem natürlichen Chaperon RAP (rezeptor associated protein) inkubiert, so waren 70% des Proteins bereits nach 88h richtig gefaltet.

Das zweite Antigen MBP-hVLDLR1-8 wies bereits nach 40h Lagerung bei 4°C und 2mM CaCl₂ die natürliche Konformation auf und bei einer Inkubation mit RAP waren 80% des Proteins nach 88h richtig gefaltet.

Nach der Immunisierung von Kaninchen wurden die Titer der Seren, R α hVLDLR1-8 (H96) von dem Antigen MBP-hVLDLR1-8-His₆ und R α hVLDLR1-8 (127) von dem Antigen MBP-hVLDLR1-8, mittels ELISA, Westernblot und Histologie bestimmt.

Der R α hVLDLR1-8 (H96)-Antikörper ist im Westernblot in der Lage, VLDLR in Organlysaten von Herz und Gehirn zu detektieren.

In der Immunfluoreszenz auf mit pcDNA3.1zeo-hVLDLR transfizierten Hela-Zellen reagiert der Antikörper spezifisch auf die VLDLR produzierende Zellen.



Diplomandin:

Ina Schüttmann
Gneisenastr. 6 c
59075 Hamm

Ort der Diplomarbeit:

Zentrum für Molekulare Biologie
Forschungsgruppe Prof. Dr. Herz
Im Neuenheimer Feld 282
69120 Heidelberg

Zentrumsbetreuer:

Dr. Christa Kuhn
Prof. Dr. Joachim Herz

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Hermann Büttner

Der Nachweis von Proteinen und Peptiden im ELISA ist ebenfalls möglich.

Da die produzierten Antikörper in neuroanatomischen Untersuchungen verwendet werden sollen, ist der Test der Antikörper in der Histologie von besonderer Bedeutung. Auch in der Histologie konnten mit dem R α hVLDLR1-8 (H96) spezifische Ergebnisse erzielt werden.

In Tabelle 2.1 sind die bei den Antikörpertests verwendeten Verdünnungen aufgelistet. Eine Kompetition der Reaktion mit dem verwendeten Antigen ist in allen Untersuchungsverfahren möglich.

Weitere Charakterisierungen des R α hVLDLR1-8 (127), sowie die Charakterisierung des affinitätschromatographisch gereinigten R α hVLDLR1-8 (H96)-Antikörper sind zur Zeit in Arbeit und waren zum Zeitpunkt der Fertigstellung dieser Arbeit noch nicht beendet.

Methode	Verdünnung	Kompetition
Westernblot	1:1000	+
ELISA	> 1:10000	(+)
transfizierte Hela-Zellen	1:300	+
am Gewebe	1:500	+

Tab. 2.1: Diese Tabelle zeigt eine Auflistung der in den verschiedenen Testmethoden verwendeten Antikörperverdünnungen und die Möglichkeit der Kompetition in den Methoden.

Ionization and Fragmentation in Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometry

Atmospheric Pressure Ionization (API) ist ein analytisches Verfahren, das zur Identifizierung unbekannter Analyten eingesetzt wird. Die Probenmoleküle werden in einem elektrischem Feld beschleunigt und dabei zerstört. Aus den entstandenen Bruchstücken (Fragmenten) kann dann auf das ursprüngliche Molekül rückgeschlossen werden. Diese Fragmentierungsmechanismen sind für die API erst sehr oberflächlich erforscht.

Daher behandelt diese Arbeit die Ionisation und Fragmentierung von Carbonsäuren, Aminen, Pyridinen und Estern um Informationen über deren Ionisierungs- und Fragmentierungsverhalten zu sammeln. Zu diesem Zweck wurden Schlüsselbruchstücke und Fragmentierungswege von Komponenten dieser Klassen untersucht.

Diese Versuche wurden mit Hilfe eines Quadrupols durchgeführt. Die Nutzung eines Ion trap systems machte mehrdimensionale Massenspektrometrie zur Aufklärung von Fragmentierungsreihen möglich. Als Ionisationstechniken fanden *Electro Spray Ionization* und *Atmospheric Pressure Chemical Ionization* Verwendung.

Aus jeder Stoffklasse wurden aromatische und aliphatische Vertreter mit verschiedenen Substituenten untersucht. So sollte ein möglichst vollständiger Überblick über die jeweilige Klasse angestrebt werden.

Die Untersuchung von Carbonsäuren erfolgte sowohl im positiven mode (Detektion kationischer Fragmente) als auch im negativen mode (Detektion anionischer Fragmente).



Diplomand:

Christoph Simons
Hauptstraße 80
53489 Bad Bodendorf

Ort der Diplomarbeit:

DSM Research
Centre for Technology
P.O. Box 18
NL - 6160 MD Geleen

Firmenbetreuer:

Ron Peters

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Günter Lieck

Korreferent:

Prof. Dr. Martin Kreyenschmidt

Das Verhalten von Aminen und Pyridinen und Estern wurde ausschließlich im positiven mode betrachtet.

Für die einzelnen Gruppen konnten verschiedene Fragmentierungsmechanismen beobachtet und beschrieben werden.

Der Vergleich von Spektren bei verschiedenen Fragmentierungsenergien gab Aufschluss über die Stabilität einzelner Bruchstücke.

Die Anwendung der erhaltenen Ergebnisse wurde an der Untersuchung von Polymer Additiven erprobt.

Anhand dieser „real life“ Proben war zu zeigen, dass sich die beschriebenen Mechanismen auf komplexere Systeme übertragen lassen.

Das Fragmentierungsverhalten der Proben konnte erfolgreich vorhergesagt werden.

Zuvor beschriebene Bruchstücke konnten für diese Proben wiedergefunden werden. Daher eignen sich die Ergebnisse dieser Arbeit als Unterstützung der Probenidentifizierung in der analytischen Chemie.

*LRP1 dependent gene expression
and controlled expression
of Fe65 in neurons*

Examination of gene expression by Northern Blotting and DNA-microarrays, transduction of TAT-LRP1 intracellular domain protein into cells and construction of a Tet-off vector system to control Fe65 expression in neurons

LRP1 is one of altogether 7 members of the ancient Low-Density Lipoprotein Receptors (LDLR) gene family. Beside the endocytotic character of LRP the receptor is likely involved in cellular signaling processes which can lead to alterations in target gene expression. Therefore DNA microarray analysis was performed in MEF2 (LRP-deficient) cells and MEF1 (wildtype).

In this work the expression pattern for selected genes from DNA microarray analysis was confirmed by a single gene method, the Northern Blotting. Compared to Mef2 cells pitx2, sfrp1, dkk3 and C3 expression was higher in MEF1 cells, whereas osteopontin, AHR and 25 cholesterol hydroxylase expression was lower in MEF1 cells. This was the same expression pattern as for the DNA microarray analysis. Further Northern Blotting experiments with stably LRP retransfected MEF2 cell revealed that 4 genes (AHR; 25-cholesterol hydroxylase; Osteopontin; C3) indicated the same expression profile. Additionally Northern Blotting experiments with neuron specific LRP1-deficient and wildtype mice brains revealed that 2 genes (25-cholesterol hydroxylase and osteopontin) were expressed in the same way. One possible mechanism is the regulation of gene expression by the LRP intracellular domain (ICD).

Therefore was constructed a pTAT-LRP-tail expression plasmid which encodes the LRP-ICD fused with a TAT domain.



Diplomand:

Kai Zurhove
Am Roggenkamp 184
48165 Münster

Ort der Diplomarbeit:

University of Texas
Southwestern Medical Center
Department of Molecular Genetics
5323 Harry Hines Blvd.
Dallas, Texas 75390-9046

Firmenbetreuer:

Prof. Dr. med. Joachim Herz

FH-Betreuer:

Prof. Dr. rer.nat. Hermann Büttner

The latter allows the fusion protein to transduce through the cell membrane of mammalian cells. Subsequent immunofluorescence indicated that the TAT-LRP-tail protein was translocated into the nucleus. However, a DNA microarray analysis with MEF2 cells transduced with the TAT-LRP-tail and without revealed no significant difference in the gene expression.

Fe65, a scaffold protein, is a putative candidate to translocate together with LRP-ICD into the nucleus and stimulate target gene expression. Therefore the expression profile was examined by DNA microarray analysis in P0 (day of birth) Fe65 and Fe65L1 double knockout and P0 wildtype mice brains, but no difference was observed. Fe65 and Fe65L1 double knockout mice do not survive until adulthood. To examine gene expression profile in adult mice and gain deeper insight into the mechanistic events by which LRP1 intracellular domain might be involved in the gene regulation, a Tet-off vector system for neurons was established. This makes it possible to generate a neuron specific Fe65-transgenic mouse on a FE65/Fe65L1 knockout background. Due to the tet-off system the Fe65 expression can be switched off in neurons by addition of Tetracycline to the drinking water. Here was established the tet-off vector system and tested in vitro.

Entwicklung eines Systems zur transdermalen Verabreichung eines Antihistaminikums und der zugehörigen Analytik

Diese Arbeit beschäftigte sich mit der Entwicklung eines transdermalen therapeutischen Systems, bei der das Antihistaminikum Loratadin als Wirkstoff eingesetzt wurde.

Dabei ließ sich die Aufgabenstellung in zwei große Bereiche einteilen, nämlich

- 1. Die Herstellung einer mit Loratadin dotierten Haftklebmasse, und***
- 2. Entwicklung einer HPLC- Methode zur Gehaltsbestimmung von dem Wirkstoff in der Klebmassenmatrix und zur Ermittlung von Freisetzungsraten des Wirkstoffs auf Silikonfolie.***

In beiden Bereichen konnten im Verlauf der Arbeit sehr gute Ergebnisse erzielt werden.

Ausgangslage für eine HPLC Methodenentwicklung war die Bedingung, sowohl Loratadin, als auch seinen aktiven Metaboliten Descarboethoxyloratadin quantitativ auswerten zu können. Es war nicht auszuschließen, dass der Metabolit bereits beim Herstellungsprozess oder bei Freisetzungsversuchen entstehen kann, was eine Methode auch für diese Analytik notwendig werden ließ.

Die dazu in der Literatur gefundene Methode, welche es aufgrund der unterschiedlichen Polaritäten der beiden Komponenten nicht zuließ, eine gemeinsame Elution zu erhalten, konnte für eine Anwendung in der Klebmassenanalytik nicht eingesetzt werden.

Nach dem notwendigen Spülvorgang der Säule mit 100% organischen Fließmittel kristallisierte der Puffer im Fließmittel aus, wodurch ein enormer Druckanstieg im System zu verzeichnen war, was zum automatischen Abschalten des HPLC Systems führte.

Daher war es notwendig, eine neue Methode zu entwickeln, bei der vorhandene Bedingungen der Routineanalytik bei der Beiersdorf AG berücksichtigt werden sollten, um einen schnellen Wechsel von Analysemethoden an einer HPLC Apparatur zu gewährleisten.

Durch eine Optimierung des Gradienten in mehreren Versuchsdurchläufen, gelang es eine Methode zu entwickeln, die eine einwandfreie Analytik der beiden Komponenten ermöglicht.

Zusätzlich ist es gelungen, die neu entwickelte Methode den vorhandenen Bedingungen, wie z.B. Nutzung von Fließmitteln und einer chromatographischen Säule, die bereits in der Routineanalytik eingesetzt werden, anzupassen.



Diplomand:

Thorben Zwiener
Rebhuhngang 2
27798 Hude

Ort der Diplomarbeit:

Beiersdorf AG
Unnaweg 48
20245 Unna

Firmenbetreuer:

Dr. Jens Nierle

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Günter Lieck

Mit dieser entwickelten HPLC- Methode konnte dann auch die dotierte Klebmassenentwicklung begonnen werden.

Die Entwicklung beruhte auf einer bereits bekannten Matrix auf Polyisobutylene- Basis (PIB-Masse). In diese Matrix ließ sich Loratadin homogen einarbeiten.

Erste Freisetzungsuntersuchungen auf Silikonfolie ergaben noch keine zufrieden stellenden Freisetzungsraten, so dass im weiteren Verlauf der Klebmassenentwicklung verschiedene Möglichkeiten ausprobiert wurden, z.B. Verwendung diverser Enhancer, die Freisetzung zu verbessern. Unter anderem wurde dabei auch eine polarere Klebmassenmatrix auf Styrol-Isopren-Styrol-Basis ausprobiert (SIS-Masse).

Ein sehr gutes Ergebnis, welches im Laufe dieser Versuche zur Klebmassenentwicklung erzielt wurde, war, dass eine ausreichend hohe Freisetzungsraten erreicht wird, wenn der Wirkstoff Loratadin in gelöster Form in der Matrix vorliegt. Ein Versuch, bei dem eine dotierte Haftklebmasse auf 140°C erhitzt wurde, so dass Loratadin aufgeschmolzen war, ergab eine doppelt so hohe Freisetzungsraten im Gegensatz zu vorherigen Freisetzungsergebnissen.

Leider war es aus Zeitgründen nicht möglich, in Hinblick auf die erzielten Ergebnisse eine mit Loratadin dotierte Haftklebmasse zu entwickeln, die eine ausreichend hohe Freisetzungsraten aufweisen konnte.

Auf Basis der in dieser Arbeit erzielten Ergebnissen ist es möglich, eine fundierte

Grundlagenentwicklung weiterzuführen, mit der Aussicht ein transdermales therapeutisches System zur Bekämpfung von Allergien zu entwickeln.

**Optimierung von
Veresterungsreaktionen
mittels der Pervaporationstechnik**

In dieser Projektarbeit wurde die Veresterung von Caprylsäure mit Ethanol untersucht. Geplant war, mit dieser Veresterung die Apparatur zu optimieren (Parameter wie Temperatur, Feedrate und Pervaporationsunterdruck sollten optimiert werden).



Bachelor-Absolventin:

Nolwenn Martin
Sachsenweg 14
48565 Steinfurt

Ort der Diplomarbeit:

Fachhochschule Münster
Labor für Verfahrenstechnik
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Volkmar Jordan

Erwartungsgemäß kann die Rate der Veresterung von Caprylsäure mit Ethanol in Gegenwart von Schwefelsäure als Katalysator durch einen Überschuss an Ethanol und die laufende Entfernung des bei der Veresterung gebildeten Wassers durch Pervaporation deutlich verbessert werden.

Nach etwa 80 min Reaktionszeit befinden sich im Reaktionsgemisch nur noch 22 % der eingesetzten Caprylsäure bei der Veresterung gekoppelt **mit** Pervaporation gegenüber 38 % bei der Veresterung **ohne** Pervaporation.

Infolge erheblicher Probleme mit der mechanischen Stabilität der zur Pervaporation eingesetzten Membranen (anorganische und organische) konnten die Versuche nicht im geplanten Umfang durchgeführt werden.

Da die Ersatzbeschaffung der Pervaporations-Membran nur mit zeitlichen Verzögerungen möglich war, wurden Versuche zur Analytik, d.h. zur quantitativen Bestimmung der bei der Veresterung von Citronensäure mit Ethanol gebildeten Produkte (Citronensäureester) mittels GC-MS gemacht.

Daneben wurden Versuche durchgeführt, die mechanische Beanspruchung der Membran durch den Feed durch geeignete Schutzvorkehrungen (wie Schutzfließ und Prallblech) zu vermindern.

***Combined Soot and SCR Catalyst System
for diesel Engine Emission Reduction***



The use of catalysts to reduce emissions is now wide spread. Diesel engine has the advantage of higher efficiency over petrol engine and moreover diesel is cheaper than petrol. But it fails to reduce certain pollutants namely NO_x and particulate matter (P.M).

Master-Absolvent:

Sridhar Adapa
Burhanpuram H-No
11-10-707/3/8
507001 Khammam
Indien

Ort der Masterarbeit:

Daimler Chrysler
Donier GmbH Dept. RBP/SC
88039 Friedrichshafen

Firmenbetreuer:

Dr. Renato Andorf
Dipl.-Ing. Guido Schäffner

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Richard Korff

The future prospects to meet the legislation that will come over the period of 2008-2012 shows two solutions. One is introduction of Selective catalytic reduction of NO_x and the other is use of PM traps to reduce these emissions on a system in which both the technologies are integrated to one component.

The main approach of integrating these two systems is to coat the SCR catalyst as a thin layer on the walls of PM trap which is a porous SiC monolithic structure so that PM and NO_x together can be reduced on a single reactor system. This approach is tried with the catalyst V₂O₅/TiO₂. 100% conversion is obtained with 28 g of catalyst as full material in monolithic form.

With the method of coating applied in this project the conversion reduced to 80%.

When operated in the presence of soot (PM) the conversion is still get reduced to 60% due to deactivation by soot lay down on one portion of the SiC filter. It is shown that the activity can be recovered by thermal regeneration.

The catalyst showed no effect on regeneration temperature. This approach gave a promising result but the reproducibility is low with this method of production, which has to be improved for its commercial application.

In-situ Determination of the Rheological Properties of Polyurethane Rigid Foams



Polyurethane foams are prepared by simultaneous reaction of isocyanates with water and polyols. The aim of this project was to find a method which is able to determine the rheological properties of rigid polyurethane foams during the foaming process.

Master-Absolvent:
Benjamin Baudrit
28, allie René Bazin
26000 Valence
Frankreich

Ort der Masterarbeit:
Elastogran GmbH
Landwehrweg
49448 Lemförde

Firmenbetreuer:
Dr. Gunnar Kampf

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Five different methods were compared: the dielectric polarisation measurement and the pressure measurement by the FormatÒ apparatus, the rotation viscosity technique, a vane oscillating rheometer (own built apparatus), and another oscillation method using a commercial device (RheoStress1 from HaakeÒ) with a vane geometry.

At first, an evaluation of the different methods using two commercial formulations was realised because differences are suspected in their viscosity profiles. The best method found was the oscillation method with the commercial device RheoStress1 from HaakeÒ. The shear stress is indeed kept constant during the measurement which allows working with a decreasing oscillation angle because the foam hardens during the reaction. This method enables thus to determine the storage modulus profile during the foaming reaction. Moreover, it allows to determine the foam cure as a G' increase after the observation of the modulus spring at the gel time.

Additionally, after the elaboration of a reliable storage modulus measurement system, a test system was used to evaluate the effects on the modulus profile of different variations like the addition of a non-reactive flame retardancy agent, a density change, an earlier or later gel time, and the use of different catalysts. These were done in order to determine the interrelation between the storage modulus and the macroscopic foam data (like e.g. the Young modulus). These variations were besides realised in order to check usefulness of the elaborated method.

The performed measurements allowed determining the G' profile of each variation of the test system. The accuracy of the measurements was excellent and the results conformed to the expectations. The only problem is the heat loss that occurs during the measurement due to the metallic vane. The use of a plastic vane should solve this problem. However such a vane could not be obtained during the course of this study.

*Process Development for Purification
of
Ethyl Linoleate by Urea Treatment*



Conjugated linoleic acid (CLA) has been found to decrease body fat deposition, have positive effects on diabetes, cancer, general immunity and also cardiovascular benefits. Amounts obtained in the diet is not enough hence the need to have them as dietary supplements.

Master-Absolventin:
Nana Benyiwa Ewusie
c70 Ackom
Juri-Gagarin-Str. 14 d
03046 Cottbus

Ort der Masterarbeit:
Cognis Deutschland GmbH
Henkelstr. 67
40589 Düsseldorf

Firmenbetreuer:
Dr. -Ing. Horst Josten

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Volkmar Jordan

The work focuses on development of a process to concentrate a CLA precursor, ethyl linoleate to a purity of more than 95 % by urea complex formation. The effect of a number of process parameters, steps and separation of the side product, ethyl carbamate (a suspected carcinogen), were evaluated. For a fixed amount of ester and ethanol, increasing amount of urea increases the purity and reduces yield of the concentrated product. The ester: urea: ethanol ratios were established.

A very high stirrer speed does not have any adverse effect on the purity of the end product and so an upper limit is not necessary.

Stability of the concentrated ethyl linoleate during and after the process was investigated. The quantity, stage of antioxidant addition and storage conditions necessary to ensure stability of the product were established. Scale-up trials were done. A pilot production was done, on the basis of which cost calculations and an excel calculation module were made. The process developed is simple, scalable and very effective in reducing ethyl carbamate content and gives a product of > 95 % purity and 50 % yield.

Evaluation of Mass Transfer Limitation at Interphase

'Absorption/Desorption of Dissolved Hydrogen on Palladium'

Application of structured materials was proposed by coating thin layer of active catalytic materials for liquid phase hydrogenation reactions. such pattern is claimed to combine advantages of fixed bed and fluidized bed reactors. Such structured catalyst like monolith, metal foam etc. can be simulated as parallel bundle of plug flow reactors.

So flow rate can be optimized for desired conversion and the length of the channel. In practice, relative velocity of liquid past flat surface i.e. turbulence does not result sufficient to overcome mass transfer limiting regime for intrinsic fast reactions in liquid phase.

To enhance the mass transport property of such structured materials, the concept was to grow nano-sized carbon fibers on the surface. The hairy layer of such carbon nano-fibers is expected to increase the external surface area, improve surface roughness and decrease the characteristic length.

To evaluate, how effectively the hairy structure of carbon nano-fiber on structured material overcomes the external mass transfer limitation, the Palladium-Hydrogen absorption/desorption system was chosen.



Master-Absolvent:
Chintan Gondaliya
Gutenbergstr. 4
85747 Garching

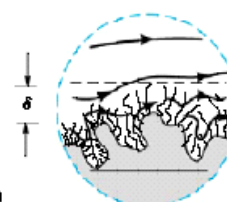
Ort der Masterarbeit:
Universiteit Twente
Catalytic Processes
and Materials
Ir. Schiffstraat 220
NL 7547 Enschede

Universitätsbetreuer:
Prof. Dr. Leon Lefferts

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Richard Korff

Carbon Fiber:
Increases...
- Surface area
- Roughness
- Dispersion

Decreases...
- Characteristic length
- stagnant film
Thickness



Carbon-fibers on surface

Fig 1. Carbon fibers at fluid-catalyst interphase

During the work, the calculation procedure to obtain numerical value of overall mass transfer coefficient and the method to identify the limiting regime was formulated. The polynomial correlation between Sherwood no. and Reynolds no. had been proved. The experiments with different spherical particles in gas phase and liquid phase has was also conducted and finally the results was interpreted according to proposed methods and correlations. Based on this method, simulation study had been undertaken to understand effectiveness of carbon fibers to over come mass transfer limitations.

*Optimization of Fast and Deep Macropore
Formation in n-Type Silicon with
Backside Illumination*

The focus of this work is to check for the limits of macropore formation especially to increase the etch speed to allow for faster growth of deep n-type silicon macropores using backside illumination. These deep macropores nearly etched completely through a wafer, shall be used as one part of a pore membrane for biological application. To get a full membrane, mesopores are etched from the backside. Here especially the intersection of the mesopores with the macropores without destroying the macropore walls had to be optimized.

To allow for high etch rate and thus for a higher pore growth velocity, the HF concentration must be increased. It is absolutely astonishing, how drastically the macropore quality gets worse when increasing the HF concentration from the standard value of 4 wt.% just to 6 wt.%. In a series of experiments, the main reason for this was identified as a strong increase in the leakage current through the pore walls. In the existing models as well as in the controlling algorithm implemented on the computer this effect is not included since for the 4 wt.% it is negligible.

Using high HF-concentrations and especially for deep pores with long etching times, this leakage current destroys the pore walls and corrupts the control algorithm by adding a current which does not lead to further growth of the pore tips. All approaches to take into account the high leakage current by e.g. optimizing the etch current and / or voltage as a function of time did not improve the pore quality and it was impossible to get deep macropores with high HF concentrations.

Reducing the temperature from 20 °C down to 14 °C, the leakage could be reduced drastically as well. Again, as for the increase of the HF concentration, a moderate change in the absolute temperature showed drastic effects on the leakage current and thus on the macropore growth. The reason for this is not clear at all.



Master-Absolvent:
Emmanuel K. Ossei-Wusu
Technische Fakultät
Kaiserstr. 2
24143 Kiel

Ort der Masterarbeit:
Faculty of Engineering
Christian-Albrecht-Uni
Kaiserstr. 2
24143 Kiel

Firmenbetreuer:
Dr. Jürgen Carstensen

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Michael Bredol

First samples of membranes have been prepared by adding mesoporous layers. By analyzing the etch voltage as a function of time, a switching condition to galvanostatic control was optimized. This procedure allows nearly all the mesopores to intersect with the macropores even when the macropore-front is not straight or homogeneous, but the voltage cannot reach a critical value at which the macropore walls are destroyed.

The used etching system is built nearly completely from Teflon, using platinum wire as electrode material. Since HF and organic materials are put into this cell, no other metals, glues or plastic can be used to construct the cell. As part of this master thesis, two parts of the cell, the lead through of the platinum wire to the wall of the cell and the temperature sensor has been improved significantly as well.

For further improvement of the speed of macropore growth, a deeper understanding of the strong dependence of the leakage current on temperature and HF concentration will be very important. Even without this understanding, the growth speed of macropores could be further increased by changing both the HF concentration and the temperature simultaneously. This requires some additions to the hard ware to add / take out electrolyte which could be computer controlled as well.

**Investigation of Heat Transfer
from a Heat Pipe as a Substitute for
Industrial Refrigeration Heat Exchangers**



Master of Science:

Randolph Owusu Opoku
Am Schorn 57 b
40472 Düsseldorf

Ort der Masterarbeit:

FH Münster
Laboratory of Chem. and
Environmental Techn.
Steinfurt

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Peter Dettmann

**Heat transfer in the heat pipe –
Peltier element system using n-
Pentane as the working fluid
was investigated, and within
the limits of experimental error,
it can safely be concluded that:**

- a) the heat pipe system was noiseless in its performance;
- b) 19 ml n-Pentane was the appropriate quantity for continuous circulation of n-Pentane in the heat pipe of volume 0.02 liters;
- c) the heat pipe system transferred heat from the hot side of the Peltier element to high locations of the heat pipe through evaporation and subsequent condensation of n-Pentane and the return of the condensed n-Pentane by probably gravity alone;
- d) heat was transferred to the ambient air by natural convection;
- e) conditions were not fully developed over the entire heat pipe.

Even though the Reynolds number value obtained for the heat transfer by condensation supports the initial assumption of film condensation in laminar flow regime, the obtained rate of heat transfer value for the same calculation was surprisingly high.

This, therefore, suggests that a further investigation into the dynamics³ of condensation of n-Pentane in a closed, vertical tube heat pipe system would be worthwhile to establish whether the condensation process was solely gravity-dominated or from shear-dominated to gravity-dominated¹⁴ flow, and also the type of flow regime (i.e. laminar, wavy, or turbulent) in the heat pipe.

A mixture of n-Pentane-water as the working fluid at varying pressures and a means of improving the quantity of heat transfer through natural convection should be considered.

*Einfluss von Additiven auf die mechanischen
und thermischen Eigenschaften von
Polyamid 12 für das Selektive Lasersintern*



Master-Absolvent:
Christoph Petter
Kreuzkamp 8
21509 Glinde

Ort der Masterarbeit:
Degussa AG
High Performance Polymers
Paul-Baumann-Str. 1
45764 Marl

Firmenbetreuer:
Dr. Christian Gerth

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Im Rahmen dieser Arbeit sollte untersucht werden, ob Additive dazu verwendet werden können, um bei aus Polyamid 12 gesinter-ten Bauteilen verbesserte thermische und mechanische Eigenschaften zu erreichen.

Aus einer Vielzahl auf dem Markt erhältlicher Additive wurden aufgrund theoretischer Überlegungen geeignete Produkte ausgesucht. Diese Additive wurden in das Basispolyamid eingebracht und auf der SLS-Maschine verbaut. Der additivierte Rohstoff und die Bauteile wurden anschließend hinsichtlich ihrer Eigenschaften beurteilt und bewertet.

Auf dem Markt gibt es eine Vielzahl von Additiven, die aufgrund ihrer Beschaffenheit, Funktionalität und chemischer Struktur für eine Einsatz als Additiv für Polyamid 12 beim SLS in Frage kommen. Auch ist das Polyamid selbst ein guter Basisstoff mit einer guten Verfügbarkeit, Reinheit und mit einem guten Eigenschaftsprofil.

Auch stellt das Bausystem des SLS-Verfahren mit seinem Prinzip des Erhitzens des Bauraumes und des Schmelzen mit einem Laserstrahl grundsätzlich ein gutes Umfeld dar: Durch die höheren Verfahrenstemperaturen können auch Reaktionen ins Auge gefasst werden, die erst bei höheren Temperaturen ablaufen.

Aber dieses Verfahren hat auch einen verfahrenstechnischen Nachteil. Im Gegensatz zu den Standardverarbeitungsverfahren für Thermoplasten, dem Extrudieren oder Spritzgießen, wird die Schmelze nicht bewegt und durchmischt. Zum anderen wird beim SLS Pulver verarbeitet. Es muss also eine Rieselfähigkeit des Materials für die Dauer des gesamten Bauvorganges gewährleistet werden. Dieser Umstand jedoch schränkt den Einsatz von flüssigen Produkten oder hochreaktiven Komponenten als Additive ein.

Bei den durchgeführten Tests zeigte sich, dass es doch deutlich schwieriger als erwartet war, eine Verbesserung der Eigenschaften des Polyamid 12 beim Lasersintern zu erzielen. Die Versuche zeigten, dass von den getesteten Produkten nur wenige Additive wirklich zu einem Erfolg führten.

**Investigations in the
Phosphor System $\text{LaPO}_4:\text{Tb}, \text{Ce}$**



Master:

Malgorzata Bartyzel
Czeladzka 23
41200 Sosnowiec
Polen

Ort der Masterarbeit:

Osram GmbH
Hellabrunner Str. 1
81536 München

Firmenbetreuer:

Dipl.-Phys. Ulrich Müller

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Michael Bredol

$\text{LaPO}_4:\text{Tb,Ce}$ phosphor has been used as a green component in three-band emission type fluorescent lamps. Primary radiation in such lamps is conventionally produced by a mercury discharge.

Since mercury mostly emits radiation of wavelengths 185 - 254-nm, it is necessary in Hg-discharge lamps to apply Ce as a co-dopant, because Tb is not able to absorb the energy of 254 nm.

Due to the small sizes of current compact fluorescent lamps, their wall loading is very large. Therefore the temperature of the glass tube wall rises up to approximately 150°C, which then leads to temperature quenching in the $\text{LaPO}_4:\text{Tb,Ce}$ phosphor.

Recently for environmental reasons a new class of fluorescent lamps based on rare gas discharge has been developed, for example xenon excimer lamps, since mercury is a very harmful liquid. Besides, since mercury needs some time to evaporate, these rare gas lamps are applicable in devices that demand instantaneous lighting. In the Xe excimer discharge the exciting wavelength is much shorter than for the mercury discharge, peaking at 172 nm. $\text{LaPO}_4:\text{Tb}$ has been investigated as a new green phosphor, which allows to avoid the temperature quenching problems.

The aim of this thesis was to study the preparation method, especially lower cost solid state synthesis of $\text{LaPO}_4:\text{Tb}$ via oxides with diammonium hydrogen phosphate and addition of flux and point out the set of fundamental dependencies which provide optimal parameters for the operation of the phosphor.

In addition, the preparation of Ce co-activated $\text{LaPO}_4:\text{Tb,Ce}$ has been performed in parallel for comparison.

In this work cerium-free phosphors without temperature quenching effects have been investigated in comparison to common LAP: Ce,Tb . It has been also indicated that due to the Xe-excimer excitation the phosphor does not demand the presence of cerium sensitizer.

*Entwicklung einer Labormethode zur schnellen
Beurteilung des Expansionsverhaltens
von Weichintegral-Formteilen
direkt nach der Entformung*

Die vorliegende Arbeit wurde bei der Firma Elastogran GmbH in Lemförde angefertigt. Elastogran GmbH ist eine Tochtergesellschaft der BASF AG. Sie vertreibt europaweit alle PUR-Grundprodukte der BASF und entwickelt, produziert und vertreibt Polyurethan-Systeme sowie thermoplastische und zellige Spezialelastomere. Zu Polyurethan-Systemen gehören Weichintegral-Schaumstoffe, die u.a. bei der Herstellung von Lenkrädern verwendet werden.



Master-Absolvent:
Thomas Kuboszek
Fiotkowa 4
43170 Laziska Gorne
Polen

Ort der Masterarbeit:
Elastogran GmbH
Landwehrweg
49448 Lemförde

Firmenbetreuer:
Herr Dr. J. Myalski
Herr Dr. M. Jahnke

FH-Betreuer:
Prof. Dr. Reinhard Lorenz

Das Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung einer schnellen Labormethode zur Beurteilung des Expansionsverhaltens von Weichintegral-Schäumen. Das Expansionsverhalten kann eine irreversible Verformung von Fertigteilen verursachen und zu erhöhtem Ausschuss beim Kunden führen. Die Beurteilung der Eigenschaften an Fertigteilen im Technikum mit Verwendung von Hochdruckanlagen ist im Gegensatz zu Laborversuchen zeit- und kostenaufwändig.

Während der Arbeit wurden verschiedene Formen gebaut und damit unterschiedliche Methoden erarbeitet. Zur ersten Gruppe der Methoden gehören sogenannte „Methoden zur Visualisierung“, wobei man das Expansionsverhalten nur durch die Verformung des Prüfkörpers beurteilt. Zur zweiten Gruppe gehören Methoden, bei denen eine Druckmessdose den Druck im Schaum vor und nach dem Öffnen der Form misst und der Druckabbau ein Maß für das Expansionsverhalten sein soll.

Die Untersuchungen wurden mit Rezepturen durchgeführt, deren Expansionsverhalten vorher an Endprodukten (Lenkräder) beurteilt wurde.

Von fünfzehn untersuchten Methoden eignen sich am meisten die „Zylinderform mit Skala“, die zu den Methoden zur Visualisierung gehört, und die Methode „Form mit Gitter als zweitem Deckel“, bei der die Druckmessung genutzt wird.

Die Methode „Zylinderform mit Skala“ beruht auf der Messung der Verlängerung des Prüfkörpers direkt nach dem Öffnen der Form, was ein Maß für das Expansionsverhalten ist. Je größer die Ausdehnung ist, desto schlechter ist die Rezeptur bezüglich des Expansionsverhaltens. Bei dieser Methode korrelieren alle Ergebnisse mit der Realität, d.h. mit der Beurteilung des Expansionsverhaltens an Fertigteilen. Die Methode mit Gitter hat sich als sehr geeignet herausgestellt, um den maximalen Druck und die Offenelligkeit zu beurteilen.

Für die beiden Methoden müssen noch weitere Untersuchungen durchgeführt werden, weil nicht alle Fragen und Unsicherheiten während dieser Arbeit gelöst werden konnten.

**Atmospheric Plasma Spraying
Method for Lanthanum Hexaaluminate
in Thermal Barrier Application**



The Dornier GmbH of today has been emanated from the traditionally aeroplane producing company. Nowadays it's included in the EADS group and several departments belong to "DaimlerChrysler Research and Development".

Master:

Marcin Lyp
Bialostocka 38/63
41219 Sosnowiec
Polen

Ort der Masterarbeit:

EADS Dornier GmbH
DaimlerChrysler
An der Bundesstr. 31
88039 Friedrichshafen

Firmenbetreuer:

Dipl.-Ing. Thomas Kränzler

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Horst Altenburg

Due to this involvement special projects, for instance providing the adequate atmospheric plasma spraying method for applying a special powder as a ceramic thermal barrier coating, as attended in this diploma thesis, are in co-operation with other companies within those groups.

Thermal Barrier Coatings are layer systems deposited on thermally high loaded metallic components as gas turbines for instance. They have the most complex structure and must operate in the most demanding high temperature environment.

Nowadays commonly applied Ytria Partially Stabilised Zirconia (YSZ, YSPZ) ages significantly due to metastable structure which is changing to a stable one at temperatures above 1100°C.

Due to magnetoplumbite structure, which is close packed and stable up to 1600°C (calcination temperature of raw powder), Lanthanum Hexaaluminate (LHA) is the promising competitor of YSZ. The similarity of the YSZ and LHA parameters can limit or even eliminate zirconium coatings in the future. However, the Lanthanum Hexaaluminate is not a new developed material but its function in coatings for protecting metal turbine blades still has to be proved. As a first step the application of $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ to turbine blades with the claimed substrate connection and chemical composition has been realised in this diploma thesis including the thermal spraying methods especially atmospheric plasma spraying.

***Einfluss der Schlickerzusammensetzung auf die
Emaillierfähigkeit von IF-Stahl bei der
Direktweißemaillierung-Elektrotauchemaillierung***

Es wurde ein Entwicklungsprojekt der Direktweißemaillierung-Elektrotauchemaillierung (DWE-ETE), die als das Beschichtungsverfahren bei der Firma Miele in Gütersloh dient, durchgeführt. Im Labormaßstab wurde das Fließverhalten und die Emailversuche mit fehleranfälligen Emails unter der Verwendung von Open-Coil-Stahl (OC-Stahl) und IF-Stahl (aus engl. interstitial free, interstitial-Zwischengitterplatz) durchgeführt. Die Blasenstruktur im Email wurde mittels Lichtmikroskop untersucht.



Master-Absolvent:

Leszek Mróz
ul. Nowowiejskiego 6A/22
40-139 Katowice
Polen

Ort der Masterarbeit:

Miele Cie. KG
Verfahrensentwicklung
Carl-Miele-Str. 29
33332 Gütersloh

Firmenbetreuer:

Herr Dipl.-Ing. J. Neumann
Herr F. Kaup

FH-Betreuer:

Prof. Dr. Horst Altenburg

Das Fließverhalten der Emails hat eine grundlegende Bedeutung für die Fehleranfälligkeit bei der DWE-ETE von IF-Stahl. Schlechtere Fließeigenschaften der Emails sind mit einer größeren Fehlerintensität beim Einbrennen eng verbunden.

Fast alle tonartigen Ersatzstoffe haben im Emailslicker keinen Einfluss auf die Verminderung der Fehleranfälligkeit (insbesondere das Fehlerbild „Aufkocher“) beim Einbrennen. Manche von diesen Substanzen haben sogar die Fehlerintensität begünstigt. Die Ausnahme ist hier synthetisches Aluminiumsilikat, das eine geringere Fehlerintensität gezeigt hat und sich positiv auf die Farbstabilität auswirkt. Die mineralischen Zuschlagstoffe verschieben die Farbe in Richtung „Gelb“, was in Bezug auf einen festgelegten Farbstandard unerwünscht ist.

Die Salze spielen bei der DWE-ETE eine entscheidende Rolle, weil sie die Sauerstoffentwicklung am Werkstück vermeiden. Bei diesem Prozess haben sich die Verbindungen: NaCl, Leichtmetallhalogenid, Schwermetallhalogenid als sehr effektive Elektronenlieferanten (Donatoren) gezeigt.

Um eine möglichst fehlerfreie Emailsicht zu bekommen, muss bei einer Salzkonzentration von ca. 1mmol/l im ETE-Bad beschichtet werden.

Geringerer Salzgehalt führte zu ungleichmäßiger Abscheidung. Größere Salzmengen bewirkten Fehler („Aufkocher“) beim Emailinbrand.

Durch Zugabe einer speziellen Boratfritte hat sich das Schmelzintervall des Emails verändert und dadurch das Fließverhalten bei der Einbrenntemperatur verbessert. Dieses bewirkt eine reduzierte Fehlerintensität.

Bei einer anderen Ofenkurve, die sich durch schnelles Aufheizen beim Einbrand auszeichnet, kann der Fehler vermindert werden. Die Gasreaktion kann beim Einbrennen nicht verhindert werden. Das Einbrennen hat Einfluss auf die Gasblasenverteilung im Email. Im Idealfall bleiben die reaktionsbedingten Gasbläschen möglichst nah an der Stahloberfläche. Die Blasen sollten auch sehr fein sein. Je länger die Einbrennzeit, desto größere Blasen entstehen, die die Oberflächenqualität beeinträchtigen. Um das Entwicklungsziel fehlerfreie Emailoberflächen auf IF-Stahl zu erreichen, müssen weitere Untersuchungen der Fritten, Zusatzfritten und der Ofenparameter durchgeführt werden.