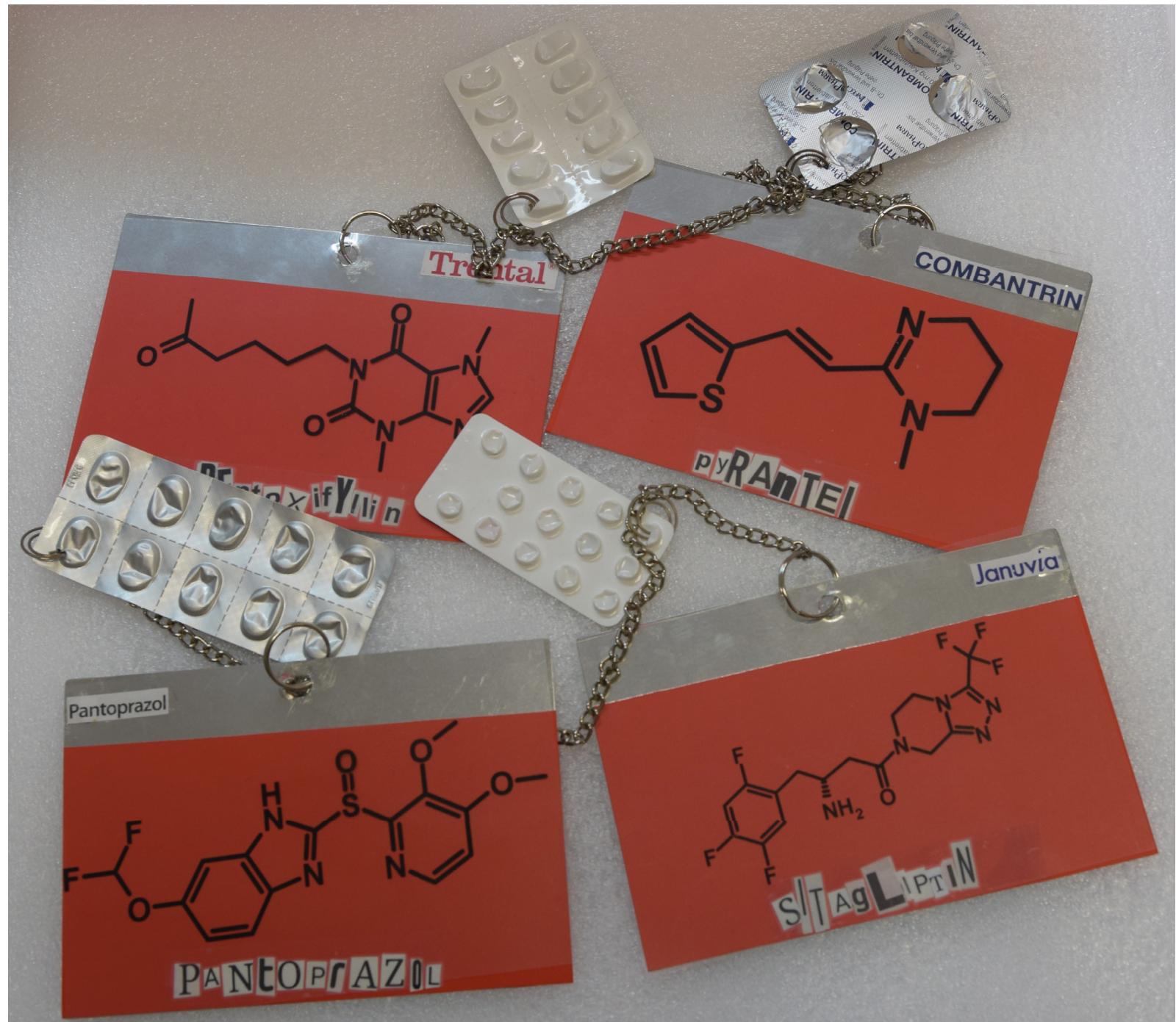
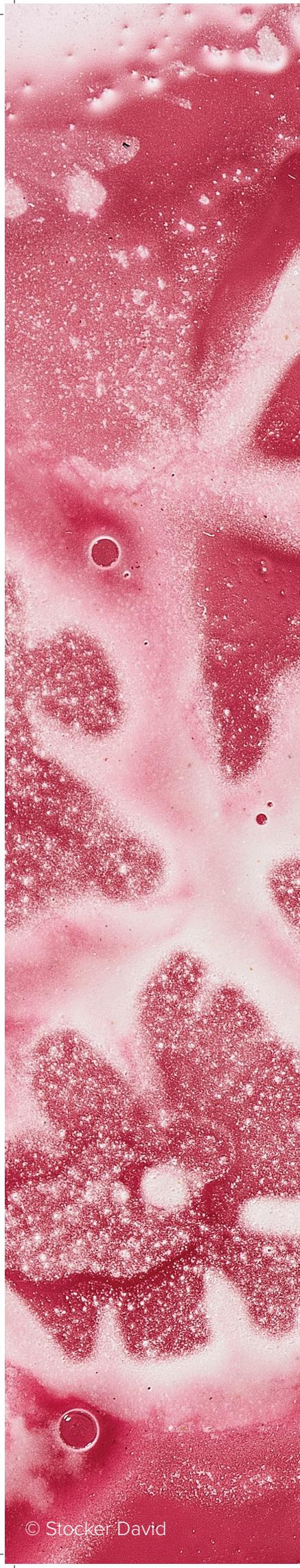


# DIPLOMARBEITEN 2019

Chemie-Ingenieurschule – Kolleg für Chemie





### **Redaktion**

Team der Chemie-Ingenieurschule Graz  
Triester Straße 361  
8055 Graz  
T 0316 381153  
E [office@chemieschule.at](mailto:office@chemieschule.at)  
[www.chemieschule.at](http://www.chemieschule.at)  
[www.chemieundbildung.at](http://www.chemieundbildung.at)

### **Fotos**

Lukas Seufer-Wasserthal

### **Layout**

Webentwicklung Ideenreich  
[www.web-ideenreich.at](http://www.web-ideenreich.at)

### **Titelbild**

Wirkstoff – Medley  
Jahrgang 2017 - 2019

Projektleitung: Dr.<sup>in</sup> Ingeborg Fill

Künstlerische Unterstützung: Alexandra Scharf

**Mag. Siegfried Nagl**

Bürgermeister der  
Landeshauptstadt  
Graz

**Sehr geehrte Leserinnen und Leser dieser  
außergewöhnlichen Präsentationsmappe!**

Graz hat sich weltweit einen Namen gemacht, und die Themen Design und Kreativität sind mitten in der Stadt angekommen. Die Mitgliedschaft im internationalen UNESCO Netzwerk der kreativen Städte versetzt Graz in die glückliche Lage, auf allen Kontinenten mit Partnerstädten unterschiedlichster Größe zu kooperieren und die Stadt auf internationalen Konferenzen und Meetings zu präsentieren.

Dazu kommt, dass Graz, mit mehr als 100.000 jungen Menschen in den Schulen, Fachhochschulen und Universitäten, die Bildungshauptstadt einer ganzen Europaregion ist.

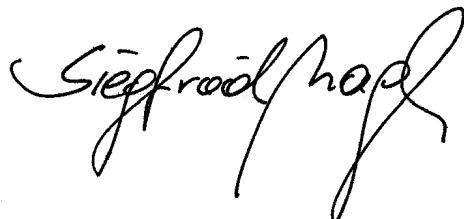
Die Chemie-Ingenieurschule Graz ist eine einzigartige Ausbildungsstätte in der Steiermark und auch österreichweit gibt es nur 2 vergleichbare Einrichtungen.

Die Absolventinnen und Absolventen sind daher in der Industrie extrem gefragt und bekommen, was mir ein besonderes Anliegen ist, sofort Anstellungen.

Für die berufliche Karriere bedarf es des Arbeitens im Team und gerade die Projektarbeiten der AbsolventInnen zeigen, dass sie schon jetzt gut vernetzt mit Wirtschaftsbetrieben, öffentlichen Ämtern und den Universitäten in Graz bzw. in der Steiermark sind!

Viel Freude mit den präsentierten Arbeiten!

Ihr

**Gernot Pagger**

Geschäftsführer  
Industriellenvereinigung  
Steiermark

**Fundierte Wissen und ausgezeichnete  
Projekte**

Die Chemie-Ingenieurschule bringt seit vielen Jahren herausragend ausgebildete Fachexpertinnen und -experten hervor, die in vielen Bereichen der steirischen Industrie sehr gefragt sind. Durch die intensive, zweijährige Ausbildung wird nicht nur fundiertes Wissen in allen Bereichen der Chemie vermittelt, durch die hohe Praxisorientierung ist auch sichergestellt, dass die vermittelten Inhalte auf dem neuesten Stand der Wissenschaft und Industrie sind.

Mit interdisziplinären Ansätzen innovative Problemlösungen zu entwickeln, ist den Absolventinnen und Absolventen des diesjährigen Jahrgangs der Chemie-Ingenieurschule außerordentlich gut gelungen. Die Diplomarbeiten spiegeln die Bandbreite der erworbenen Kenntnisse und Fähigkeiten wider und zeigen klar, welche qualitative Ausbildung hier erfolgreich abgeschlossen wurde. Ebenso zeigt sich der Wert der Vielseitigkeit und der Praxisnähe der Ausbildung, die durch Lehrende aus der Wirtschaft, dem öffentlichen Dienst und der Wissenschaft gewährleistet ist.

Zahlreiche der hier präsentierten Arbeiten sind in Zusammenarbeit mit Unternehmen entstanden, viele in Teams verfasst worden – eine perfekte Grundlage für die erfolgreiche Arbeit in der Industrie!

Die Absolventinnen und Absolventen dieser erst kürzlich mit dem MINT-Gütesiegel ausgezeichneten Bildungseinrichtung zählen zu gefragten Fachkräften, denen beruflich enorm viele spannende Karrierewege offenstehen. Dafür wünsche ich im Namen der steirischen Industrie alles Gute und gratuliere sehr herzlich!





## Mag. a Ursula Lackner

Landesrätin



Albert Einstein antwortete einst auf die Frage, ob seine wissenschaftliche Begabung eine Erbschaft der väterlichen oder der mütterlichen Linie sei, damit, dass er keine besondere Begabung hätte, sondern nur leidenschaftlich neugierig sei.

Neugier war nicht nur eine wesentliche Eigenschaft, die Albert Einstein zu seinen herausragenden wissenschaftlichen Leistungen befähigte, sie ist auch in unserer heutigen Lebens- und Arbeitswelt von zentraler Wichtigkeit. Sie erleichtert uns die Bewältigung der Herausforderungen, die unsere moderne Wissensgesellschaft mit sich bringt und die sich durch das immer höhere Tempo des technischen Fortschrittes in unserem privaten und beruflichen Alltag ergeben.

Das Bildungsland Steiermark bietet ein vielfältiges Angebot an Pflichtschulen, mittleren und höheren allgemein- und berufsbildenden Schulen, Fachhochschulen und Universitäten sowie zahlreiche Erwachsenenbildungseinrichtungen. Dieses Angebot sorgt dafür, dass junge Menschen gut auf ihr zukünftiges (Berufs-)Leben vorbereitet werden.

Die Chemie-Ingenieurschule Graz ist seit vielen Jahren ein ganz besonderer Mosaikstein in dieser Bildungslandschaft. Die seit Gründung der Schule bestehende enge Verbindung zu Wirtschaft, Forschung und öffentlicher Hand ermöglicht eine hochwertige und praxisnahe Ausbildung, die sich an den neuesten technologischen Entwicklungen und den aktuellen Erfordernissen des Arbeitsmarktes orientiert und eine solide Basis für die berufliche Weiterentwicklung darstellt.

Neben der Vermittlung des fachspezifischen Wissens stellen auch soziale Kompetenzen, ökologische Verantwortung und die kritische Auseinandersetzung mit neuen Technologien wichtige Bestandteile des Studiums dar. Die Chemie-Ingenieurschule Graz beweist damit, dass sie sich ihrer Verantwortung für eine umfassende Ausbildung der Studierenden, aber auch ihrer Verantwortung für unsere Umwelt bewusst ist. Das macht die Absolventinnen und Absolventen zu gefragten Fachkräften in Industrie und Wirtschaft – weit über die Landesgrenzen der Steiermark hinaus.

Ich gratuliere allen Absolventinnen und Absolventen zu ihren in diesem Band präsentierten Diplomarbeiten und wünsche ihnen für ihre Zukunft alles Gute!

**DI<sup>in</sup> Dr. in Andrea Hickel**

Schulleiterin der  
Chemie-Ingenieurschule Graz



## LernRaum Chemie - was ist das denn?

Um unsere Absolventinnen und Absolventen noch besser auf ihre zukünftigen beruflichen Anforderungen als Chemie-Ingenieurinnen und –Ingenieure vorzubereiten, gehen wir in unserer Ausbildung neue Wege. Der Unterricht wird in vielen Bereichen auf modernste didaktische Methoden umgestellt. Studierende erarbeiten die dafür erforderlichen Inhalte von Beginn an zielorientiert und selbstverantwortlich mittels innovativer e-Learning Methoden. Unsere Lehrenden stehen dabei jederzeit sowohl mit ihrer fachlichen Kompetenz als auch als persönliche Mentoren und Coaches zur Verfügung. Denn das individuelle Aneignen von Wissen und wertvollen Fähigkeiten bietet so viel mehr als nur das Reproduzieren von Lehrstoff!

Die Studierenden haben daher viel RAUM, um sich selbst zu verwirklichen und die LERNgeschwindigkeit – und -Erfolge im Bereich CHEMIE selbst zu bestimmen

Damit ermöglichen wir neben dem Erlernen von chemisch-fachlichem Wissen, sich die notwendigen Kompetenzen und Einstellungen wie E-Skills, Offenheit, Kommunikationsfähigkeit, soziales und vernetztes Denken selbst anzueignen. Und damit sind unsere Absolventinnen und Absolventen bestens vorbereitet für Industrie 4.0, das heißt für die Zukunft!

Die Diplomarbeiten, die am Ende der zwei Jahre durchgeführt werden, sind ein Beweis für die erlernten Kompetenzen und Kenntnisse.

Ich möchte allen Menschen, die uns im letzten Jahr dabei geholfen haben, danken. Mein Dank gilt insbesondere jenen Unternehmen und Personen, die uns und unsere Studierenden bei den Diplomarbeiten unterstützten und

somit einen wertvollen Beitrag für die praktische Ausbildung geleistet haben. Ich danke auch allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern sowie allen Lehrenden in der Schule, die durch Kompetenz und Respekt füreinander die exzellente fachliche Ausbildung ermöglichen und die Persönlichkeitsentwicklung der Studierenden gefördert haben.

Diese Diplomarbeiten, die in der vorliegenden Diplomarbeits-Mappe vorgestellt werden, wurden in Kooperation mit externen Partnerinnen und Partnern aus Industrie, öffentlichen Ämtern und Universitäten verfasst. Die Heterogenität der Arbeiten zeigt, wie umfassend die Ausbildung ist, aber auch wie vielseitig die Anforderungen an unsere Studierenden sind.

Dieser Jahrgang war ein ganz spezieller mit vielen Herausforderungen für die Studierenden und uns.

Der Anfang war hier für einige besonders schwierig. Umso erfreulicher ist es, dass die Entwicklung jeder und jedes einzelnen unglaublich positiv war. Selten haben wir solche Fortschritte im fachlichen Wissen, aber auch in der Persönlichkeitsentwicklung erkennen können. Ich gratuliere allen wirklich ganz herzlich zu den tollen Leistungen!

Das gesamte Team wünscht allen Absolventinnen und Absolventen alles Gute für den weiteren Lebensweg und dass sich die Berufswünsche erfüllen!

A handwritten signature in blue ink, reading "Andrea Hickel", is positioned above a photograph of a group of young professionals.





# Anbindung von Geräten an ein LIMS

von Yvonne Humpel



Abb. 1: Aufbau eines HPLC-Gerätes (eigenes Foto)

## Einleitung

Labor-Informations- und Management-Systeme (LIMS) dienen zur Unterstützung in Laboren. Mit Hilfe von LIMS können die Planung, Verarbeitung und Auswertung der hohen Anzahl an Proben leichter bearbeitet werden. Besonders durch das Anbinden von Analysengeräten an ein LIMS können Messdaten automatisch übertragen und ausgewertet werden. In der pharmazeutischen Analytik eignet sich dafür die in Abb. 1 dargestellte Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC).

Das Ziel der Arbeit war es, mit Hilfe des HPLC-Gerätes Berichte für verschiedene Prüfungen zu erstellen. Diese sollen anschließend dazu verwendet werden, um alle relevanten Daten, die für die Freigabe von Produkten nötig sind, an das LIMS zu übertragen.

## Durchführung

Zuerst wurden die verschiedenen Analysen betrachtet und die notwendigen Daten, die für die Auswertung und Freigabe des Produktes nötig sind, in Berichten zusammengefasst. Es wurden Berichte für die folgenden Analysen erstellt: „Identität“, „Gehalt“ und „Wirkstofffreisetzung“. Die

Berichte wurden anschließend, in Zusammenarbeit mit dem LIMS-Anbieter, so gestaltet, dass die Daten im LIMS-Programm korrekt abgebildet werden können. In Abb. 2 ist ein Bericht für eine Identitätsprüfung ersichtlich.

## Ergebnisse und Ausblick

Die Einbringung der Daten in die Berichte konnte fertig gestellt werden. Aufgrund technischer Gegebenheiten wurde aber die Implementierung der LIMS-Testversion verschoben. Folglich konnten keine Tests für die Datenübertragung durchgeführt werden.

Aus diesem Grund wurden mit Hilfe der Testversion die Anforderungen und Änderungen beschrieben, welche bei der späteren Einführung notwendig sind, um die Berichte korrekt zu nutzen und zu validieren. Nach Einführung des LIMS-Programmes in die Routineanalytik, wird sich der Arbeitsaufwand für die Auswertungen verringern, da diese nicht mehr manuell durchgeführt werden müssen.

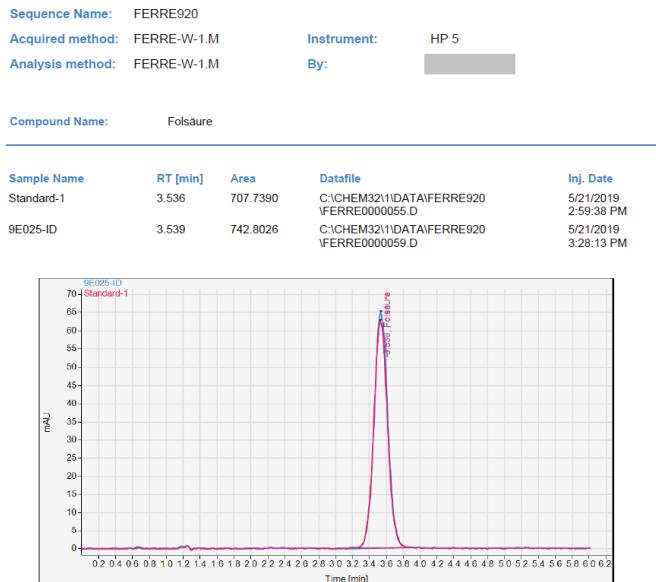


Abb. 2: Bericht einer Identitätsprüfung (eigene Grafik)

**G.L. Pharma GmbH**

Lannach

Ing. <sup>in</sup> Annelies Bernhard

Ing. <sup>in</sup> Maria Bergmann

René Strini

# Elektrochemische Charakterisierung von Korrosionsschutzlacken

von Thomas Klamminger

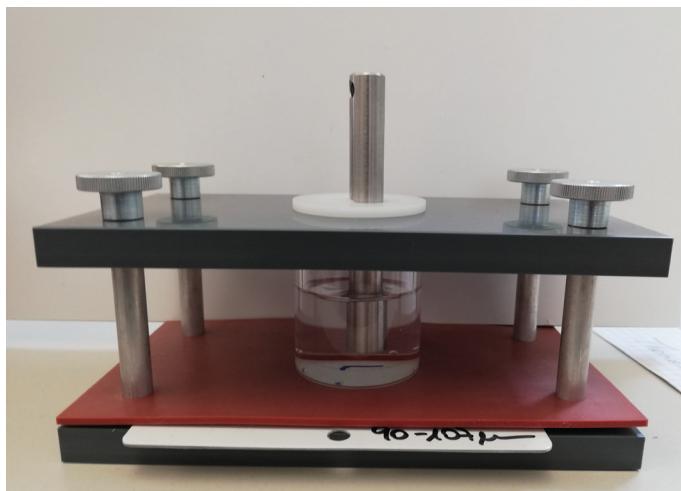


Abb. 1: Messzelle für eine elektrochemische Impedanz Spektroskopie (eigenes Foto)

## Einleitung

Die Impedanzmessung ist ein elektrisches, zerstörungsfreies Messverfahren. Der Impedanzbetrag (Wechselstromwiderstand) ist ein wichtiger Parameter bei der Untersuchung der Widerstandsfähigkeit eines organischen Kunstharzes auf einer metallischen Oberfläche. Diese organischen Beschichtungen schützen das Metall vor Korrosion, wobei die Diffusion von Wasser und Sauerstoff deutlich verringert wird. Mit der elektrochemischen Impedanz Spektroskopie (EIS) können neben üblichen mikroskopischen Methoden nützliche Informationen über die Qualität, das Auftreten von Poren und Korrosion sowie den Alterungsprozess gewonnen werden.

## Ziel

Das Ziel dieser Diplomarbeit war es, eine passende Messmethode für EIS (Messzelle, vgl. Abb. 1) zu entwickeln. Die erstellte Methode wurde verwendet, um zwei Probenreihen zu charakterisieren und eine Korrelation zu den Ergebnissen bei der Korrosionsschutzprüfung in der Salzsprühkammer herzustellen.

## Durchführung

Um die Qualität der Beschichtungen zu analysieren, wurde die Wasseraufnahme der Beschichtungen über einen Zeitraum von rund 24 Stunden ausgewertet (vgl. Abb. 2) und danach ein Belastungstest durch Gleichstrom und Wechselstrom durchgeführt. Dafür werden die Probenplatten in eine Messzelle eingespannt und diese mit einer Elektrolytlösung gefüllt.

## Ergebnisse

Die Ergebnisse der EIS-Messungen und deren Vergleich mit den Salzsprühtests zeigen, dass die elektrochemische Impedanz Spektroskopie eine schnelle Methode ist, um die Qualität von Beschichtungen zu bestimmen. Vor allem Beschichtungen mit niedrigen Impedanzen können quantitativ ausgewertet werden.

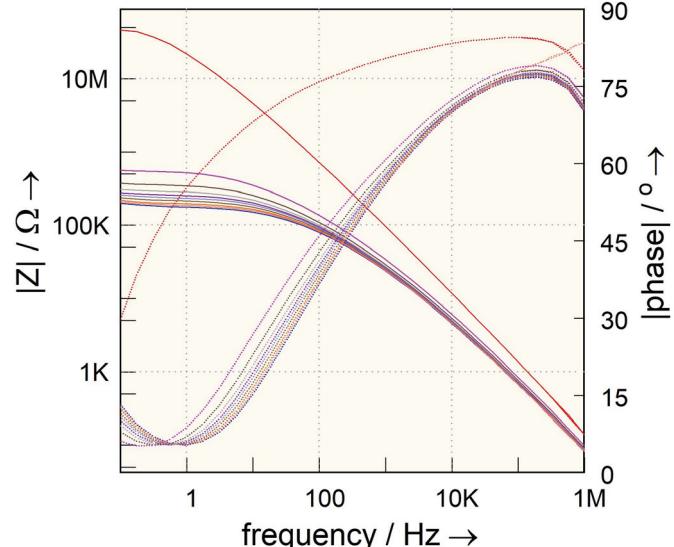


Abb. 2: Wasseraufnahme einer Beschichtung über 24 Stunden (eigene Grafik)



# PAK-Gehalte entlang von Verkehrswegen

von Sarah Kray



Abb. 1: Siebtechnik (eigenes Foto)

## Einleitung

Die Stadt Graz ist aufgrund ihrer Kessellage von erhöhten Schadstoffkonzentrationen in der Luft betroffen. Aus diesem Grund wurde in Kooperation mit dem Umweltamt der Stadt Graz, die Messserie der polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK), die seit 2016 jährlich durchgeführt wird, fortgesetzt. Die Proben sollen an 15 festgelegten Standorten in Graz genommen und mittels GC-MS auf ihren PAK-Gehalt vermessen werden.

## Durchführung

Zuerst werden die Proben gesammelt und gesiebt (Abb. 1). Anschließend erfolgt die Extraktion mit Cyclohexan im Ultraschallbad. Des Weiteren wird die gravimetrische Bestimmung, die Auskunft über den Wassergehalt und den Anteil an organischem Material in den Proben gibt, durchgeführt. Bevor die Straßenstaubproben mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) vermessen werden können, werden geeignete Methodenparameter eingestellt und zu jedem erforderlichen Analyten eine Kalibra-

tionsgerade erstellt. Im Anschluss erfolgt die Analyse der laut US-Environmental Protection Agency (EPA) vorgegebenen 16 PAK in den Proben. Um auch über die Stabilität der PAK in den Proben Auskunft geben zu können, werden die Rückstellproben des Vorjahrs ebenfalls vermessen.

## Ergebnisse

Im Vergleich zu den Vorjahren ist der PAK-Gesamtgehalt an 2 von 15 Probenahmestellen zurückgegangen. An diesen beiden Standorten kann eine signifikante Abnahme der PAK-Belastung im Straßenstaub festgestellt werden. Des Weiteren weisen 9 Probenahmestellen einen signifikant erhöhten PAK-Gehalt im Vergleich zu den Werten im Vorjahr auf, möglicherweise durch mehr Verkehr und Baustellen. Die anderen Probenahmestellen weisen keinen relevanten Unterschied zum Vorjahr auf (Abb. 2). Um einen eindeutigen Trend erkennen zu können, werden fortlaufende Messungen der PAK-Konzentration im Straßenstaub empfohlen.

## PAK Gehalte 2016 bis 2019

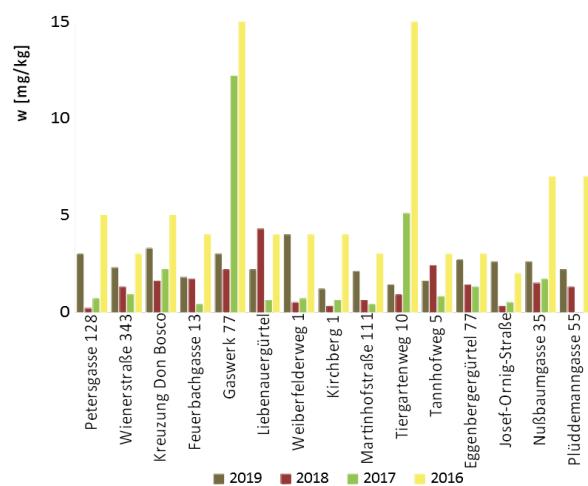


Abb. 2: PAK-Gesamtgehalt im Vergleich zu den Vorjahren (eigene Grafik)



Stadt Graz, Umweltamt,  
Referat für Luftreinhaltung und Chemie

DI Wolfgang Götzhaber  
Harald Zeiler

# Optische Sortierung von PET-Faktionen

von Jakob Kuhness



Abb. 1: Optische Sortiermaschine Clarity Multiway der Firma Binder+Co AG zur Sortierung von Verpackungsmüll (eigenes Foto)

## Einleitung

Die Trennung von Verpackungsmüll begleitet uns tagtäglich beim richtigen Einwerfen von Abfall in die gelbe Tonne. Verpackungsmüll in jeder Form muss nach seiner Verwendung aufgearbeitet werden und das bedarf hoher Sortenreinheit und Sauberkeit des Kunststoffes. Die Firma Binder+Co AG entwickelt optische Sortiermaschinen (siehe Abb. 1), die diese Sortenreinheit bereitstellen. Um PET-Trays und PET-Flaschen voneinander trennen zu können, sollen mittels Nahinfrarotspektroskopie verschiedene Verpackungsproben gemessen und dann genauer untersucht werden. Diese Unterschiede sollen für die industrielle Sortierung zur Charakterisierung herangezogen werden.

## Durchführung

PET-Verpackungsproben, vor allem Trays und Flaschen wurden mittels Nahinfrarotspektroskopie mit dem Nahinfrarotspektrometer (siehe Abb. 2) vermessen und die jeweiligen Spektren der Fraktionen untereinander verglichen. Als

zweite Fraktion wurden die Spektren von PET-Verpackungsproben, die als Mono- und Multilayer bezeichnet werden, miteinander verglichen. Einige Proben wurden mittels Mittlerer Infrarotspektroskopie und Fluoreszenzspektroskopie zusätzlich vermessen, um eventuelle Unterschiede aufzudecken.

## Ergebnisse

Durch die unterschiedlichen Materialeigenschaften und -schichten von PET-Flaschen und Trays, die höchst komplex und angepasst an das Verpackte sind, waren Unterschiede in den Nahinfrarotspektren nur sehr gering. Diese kleinen Unterschiede können industriell an automatischen Sortieranlagen allerdings schon genutzt werden. Zwischen der zweiten Fraktion an Mono- und Multilayern waren die Unterschiede ebenfalls sehr klein. Aufgrund der beschränkten Probenanzahl und Probenart ist die Eignung der Ergebnisse für die Industrie durch weitere Untersuchungen an der Sortiermaschine abzusichern.

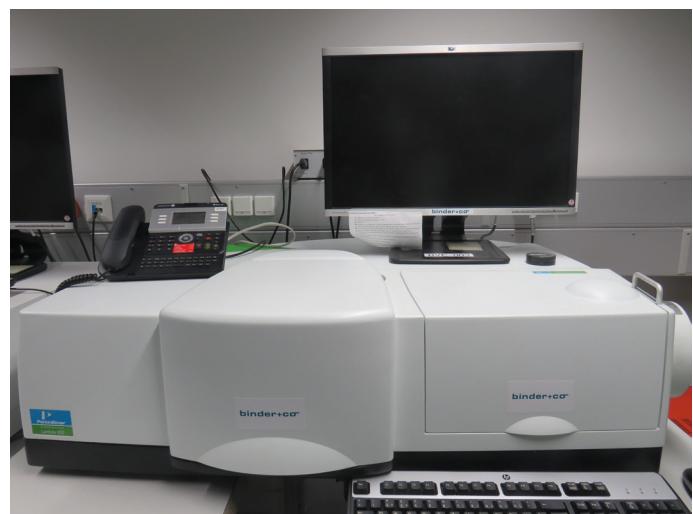


Abb. 2: Verwendetes Nahinfrarotspektrometer der Firma PerkinElmer (eigenes Foto)

**Binder+Co AG**  
Gleisdorf

DI Dr. Reinhold Huber  
Ing. Rainer Eixelberger  
Univ.-Prof. DI Dr. Karl Gatterer

**binder+co**





# IR-Spektroskopie im Rohstofflabor

von Viola Lagger



Abb. 1: IR-Spektrometer der Marke Bruker mit ATR-Einheit  
(eigenes Foto)

## Einleitung

Pharmazeutische Rohstoffe unterliegen im Rahmen der Qualitätskontrolle einer strengen Wareneingangsprüfung. Eine wichtige Methode für die Identitätsprüfung ist die IR-Spektroskopie, die bei der Firma Hermes als Arzneimittelhersteller schon seit längerer Zeit mit Hilfe der ATR-Technik (Abb. 1) durchgeführt wird. Ziel dieser Arbeit war die Überprüfung des Einflusses verschiedener Spektrometer und unterschiedlicher Probenvorbereitungstechniken auf die Aussagekraft der erhaltenen Ergebnisse. Die Resultate sollten in weiterer Folge der Erstellung einer Spektrenbibliothek dienen.

## Durchführung

Am Beginn wurde ein Substanzspektrum mehrmals aufgenommen, um die Wiederholbarkeit der Messungen zu überprüfen. Der Einfluss des eingesetzten Spektrometers wurde anschließend an drei unterschiedlichen Geräten

gezeigt. Da das Europäische Arzneibuch für einige Rohstoffe alternative Probenvorbereitungstechniken vorgibt, wurden Spektren mit ATR-Technik, Suspensionstechnik und KBr-Presstechnik aufgenommen. Aufbauend auf die dabei erhaltenen Ergebnisse wurden publizierte Spektren mit eigenen Messungen verglichen.

## Ergebnisse

Es konnte gezeigt werden, dass die Messungen wiederholbar sind. Aus diesem Grund war eine einmalige Verifizierung jedes Bibliotheksspektrums ausreichend (Abb. 2). Unterschiedliche Geräte hatten dabei kaum Einfluss auf die aufgenommenen Spektren. Hinsichtlich des Vergleichs unterschiedlicher Probenvorbereitungstechniken stellte sich heraus, dass die ATR-Technik bei mindestens gleicher Aussagekraft die Ergebnisse schneller und mit weniger Arbeitsaufwand liefert. Publizierte Spektren konnten durch eigene Messungen reproduziert werden. Die erhaltenen Erkenntnisse waren schließlich die Basis für den Aufbau einer verifizierten Spektrenbibliothek, welche 285 verschiedene Rohstoffe enthält.

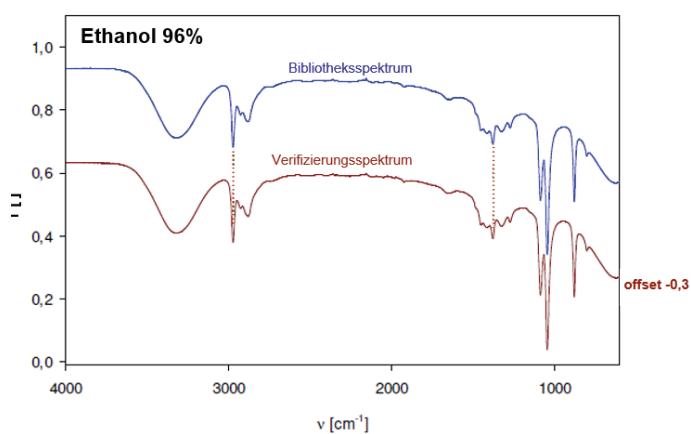


Abb. 2: Bibliotheks- und Verifizierungsspektrum von Ethanol 96%  
(eigene Grafik)

**HERMES**  
**PHARMA**  
Get the dose right®



**HERMES PHARMA Ges.m.b.H.**  
Wolfsberg

Mag.<sup>a</sup> Andrea Zedlacher  
Mag. Dr. Gottfried Kölbl  
Verena Kopp, BSc  
Markus Ranz

# Isolationsmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien

von Marcel Lesky



Abb. 1: Headspace-GC-MS (eigenes Foto)

## Einleitung

Immer mehr steigt das Umweltbewusstsein der Menschheit, besonders in der Automobilindustrie. Die Entwicklung von leistungsstärkeren Batterien für Fahrzeuge mit Elektromotoren erlebt dadurch derzeit einen Aufschwung. Die logischen Folgen sind immer höhere Energiedichten in den Batterien. Diese bringen zwangsweise höhere Sicherheitsanforderungen mit sich. Um diese zu erfüllen, werden Isolatoren stetig weiterentwickelt. Derzeit wird an Glimmerisolatoren mit Silikonzusätzen geforscht. Der Nachteil ist, dass bei höheren Temperaturen Silikonausgasungen möglich sind, die die Funktion der Batterie beeinträchtigen können.

Daher soll festgestellt werden, ob es bei den verarbeiteten Mengen an Silikon tatsächlich zur Silikonausgasung kommt. Wenn ja, soll auch die Menge der emittierten Silikone bestimmt werden. Zusätzlich sollen Brandklassen und Durchschlagsspannungen von verschiedenen Isolatoren gemessen werden.

## Durchführung

Die Silikonemissionen wurden mittels Headspace-GC-MS (Abb. 1) und Thermogravimetrie analysiert. Bei der Messung mit dem Headspace-GC-MS wurden Primär-, Sekundär- und Langzeitemissionen bestimmt, indem die Proben spezi-

fisch und realitätsnah vorbehandelt wurden. Zum Vergleich wurden mittels Thermogravimetrie die Gesamtemissionen untersucht. Die Brandklassen wurden nach UL 94 (Abb. 2) bestimmt. Die Durchschlagsspannungen wurden mit einem Hochspannungsprüfsystem gemessen.

## Ergebnisse

Bei der Auswertung der Massenspektren stellte man fest, dass nicht nur Silikone, sondern auch Lösungsmittel aus den Isolatoren ausgasen. Das bedeutet, dass die Ergebnisse der Thermogravimetrie nicht der exakten Silikonemission entsprechen. Man stellte fest, dass manche Isolatoren weniger und manche mehr ausgasen. Bis auf einen Isolator erreichten alle anderen Isolatoren die beste Brandklasse. Die Durchschlagsspannungen aller Isolatoren lagen weit über den Mindestanforderungen.



Abb. 2: Prüfaufbau zur Brandklassenbestimmung nach UL 94 (eigenes Foto)



## ISOVOLTA AG

Werndorf

DI<sup>in</sup> Dr.<sup>in</sup> Irmgard Bergmann  
DI Dr. Egmont Kattnig  
DI<sup>in</sup> Dr.<sup>in</sup> Christiane Zenz



# PAK – Trendverlauf an Verkehrswegen

von Selina Neuhold



Abb. 1: Martinhofstraße 111 (eigenes Foto)

## Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) entstehen bei der Verbrennung von organischen Materialien. Im Auftrag des Umweltamts der Stadt Graz werden seit dem Jahr 2016 monatlich an zwei Standorten Staubproben entnommen. Die beiden Prüfstellen sind Martinhofstraße 111 und Weiberfelderweg 1. Auch heuer soll der Straßenstaub auf seinen Gehalt an PAK mittels Gaschromatographie gekoppelt mit Massenspektrometer (GC-MS) untersucht werden. Dabei soll ein Jahresverlauf entstehen und mit den vergangenen Jahren verglichen werden, um einen Trend erkennen zu können.

## Durchführung

Jeden Monatsanfang wurden an beiden Standorten Straßenstaub von  $1\text{ m}^2$  Fläche (Abb. 1) gesammelt. Anschließend wurden die Proben gesiebt und die Feinfraktion mit Cyclohexan extrahiert. Um Feststoff zu entfernen, werden

die Proben zentrifugiert. Bevor die Messung der Proben im SIM-Modus erfolgen kann, muss eine Kalibration mit internen Standards durchgeführt werden. Zusätzlich zur Messung der PAK-Konzentrationen an den beiden Standorten werden der Feuchtegehalt und der organische Anteil der Proben bestimmt.

## Ergebnisse

Wie in der Grafik in Abb. 2 ersichtlich, ist der PAK-Gehalt 2018/2019 gestiegen. Besonders im Monat April erkennt man, dass an beiden Standorten der PAK-Gehalt sehr hoch ist. Solche Schwankungen können auf mehr Verkehr in den Osterferien und Osterfeuer zurückzuführen sein. Ab Mai sinkt der PAK-Gehalt an beiden Standorten wieder stark ab. Durch unterschiedliche Witterungsverhältnisse weist die PAK-Konzentration jedes Jahr im Sommer ein Minimum und im Frühjahr ein Maximum auf. Die Messreihen der vergangenen Jahre sind über weite Strecken vergleichbar. Um einen eindeutigen Trendverlauf erkennen zu können, müssen noch weitere fortlaufende Messungen erfolgen.

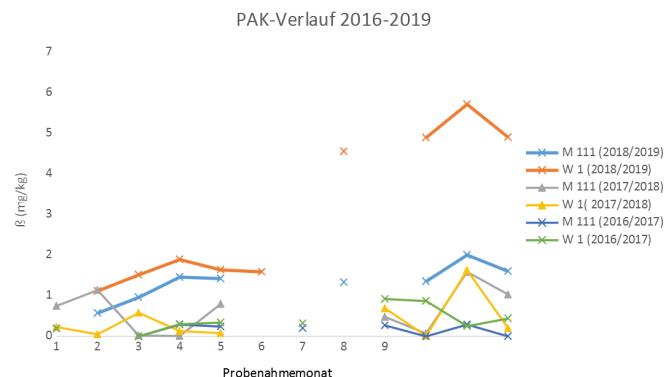


Abb. 2: PAK-Verlauf 2016-2019 (M111=Martinhofstraße 111, W1=Weiberfelderweg 1) (eigene Grafik)

# Mikrowellenunterstützte Extraktion von Fetten

von Marcel Neuwirth



Abb. 1: Verschiedene Schokoladensorten mit unterschiedlichem Fettgehalt (Anton Paar GmbH)

## Einleitung

Die Fettbestimmung von Lebensmitteln ist ein sehr umstrittenes Thema. Aktuell gibt es weder standardisierte Methoden noch exakte Arbeitsvorschriften, die die Bestimmung des Fettgehaltes von Lebensmitteln vereinheitlichen. Das klassische Standardverfahren mittels Soxhlet-Extraktion ist sehr zeitaufwändig und äußerst arbeitsintensiv. Eine effiziente Alternative stellt die mikrowellenunterstützte Extraktion dar.

Mit Hilfe der mikrowellenunterstützten Systeme der Firma Anton Paar soll die langwierige Soxhlet-Extraktion ersetzt werden. Diese bringen den Vorteil, Experimente bei geringerem Zeitaufwand und Chemikalienverbrauch durchzuführen und sollen am Lebensmittel Schokolade (Abb. 1) erprobt werden.

## Durchführung

Verschiedene Schokoladensorten wurden zu Beginn mit dem Mikrowellenreaktor Monowave 400 extrahiert, um die optimalen Reaktionsbedingungen für die Fettbestimmung

zu ermitteln. Die optimierte Methode wurde dann auf das Multiwave PRO SOLV System übertragen, womit mehrere verschiedene Extraktionen parallel in einem Ansatz durchgeführt werden konnten. In Abb. 2 sind die verwendeten Mikrowellenreaktoren ersichtlich. Die Messergebnisse wurden abschließend mit denen der herkömmlichen Soxhlet-Extraktion verglichen.

## Ergebnisse

Die bestimmten Fettgehalte aller Schokoladensorten entsprechen bereits nach 20 Minuten Extraktionsdauer bei 120°C den Herstellerangaben der Schokoladenverpackung. Mit Hilfe der üblichen Soxhlet-Extraktion wurden diese Ergebnisse erst nach 5 Stunden erzielt. Anhand der ermittelten Daten kann daraus geschlossen werden, dass die Mikrowelle eine verlässliche Alternative zur Soxhlet-Extraktion darstellt. Aufgrund der Zeitersparnis und des geringeren Chemikalienverbrauches sollte die Mikrowellen-Extraktion für die Bestimmung des Fettgehaltes in Schokolade als Methode der Wahl etabliert werden.



Abb. 2: Monowave 400 + Autosampler (links) und Multiwave PRO SOLV (rechts) (Anton Paar GmbH)



**Anton Paar**

Anton Paar GmbH

Graz

Dr. Alexander Stadler



# Haltbarkeitsstudien von Reagenzien

von Marcel Peinsipp

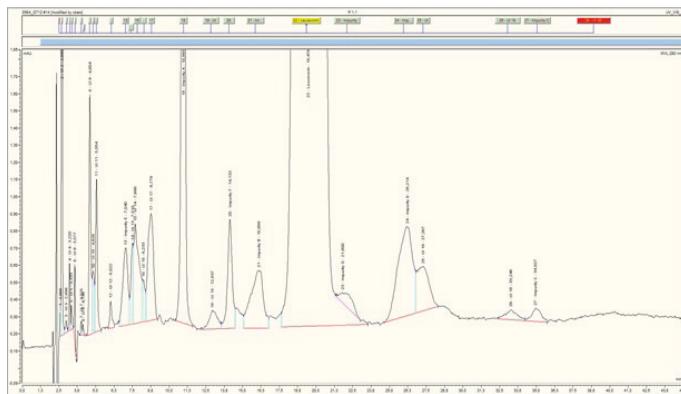


Abb. 1: Chromatogramm einer HPLC Messung (eigene Grafik)

## Einleitung

In der Pharmaindustrie werden Wirkstoffe hergestellt bzw. eingesetzt, die in Form von Medikamenten/Arzneimitteln an Patienten zur Behandlung weitergegeben werden. Qualitätskontroll-Labore analysieren produzierte Arzneimittel, bevor sie für eine Nutzung durch Patienten freigegeben werden, um sicherzustellen, dass zuvor definierte Spezifikationen von diversen kritischen Parametern (z.B.: Gehalt, Verunreinigungen, Dichte etc.) eingehalten werden.

Ziel dieser Arbeit ist es, Haltbarkeiten von Chemikalien und Reagenzien zu recherchieren und selbst Studien zur Haltbarkeit der Inhaltsstoffe von Probelösungen mittels HPLC durchzuführen, um in weiterer Folge sicherzustellen, dass im Zuge der Routineuntersuchungen in der Fresenius Kabi Austria GmbH Probelösungen im Rahmen ihrer Stabilität verwendet werden. Dafür sollen bereits durchgeführte Haltbarkeitsstudien herangezogen werden und untersucht werden, ob diese noch zutreffend sind. Praktisch sollen zwei Arzneimittel-Produkte laut Firmenmethode vorbereitet und in zeitlich geregelten Abständen vermessen werden.

## Durchführung

Die Durchführung und Auswertung der HPLC-Messung erfolgt mittels Chromleon Software (siehe Abb. 1), die von einem/er Mitarbeiter/in der Firma bedient wird. Die gefundenen Peakflächen innerhalb einer Messung werden gegen die fortschreitende Analysezeit aufgetragen, um einen möglichen Trend bezüglich der Menge der Inhaltsstoffe zu erkennen (vgl. Abb. 2), um auf die Haltbarkeit der Lösung rückzuschließen.

## Ergebnisse

Als Ergebnis zeigt sich eine Möglichkeit zur Verlängerung der Haltbarkeit beider Probelösungen im Vergleich zu den vorher festgelegten Haltbarkeiten. Durch die durch diese Daten belegte längere Haltbarkeit der Probelösungen können die Arbeitszeiten der MitarbeiterInnen effizienter ausgelagert werden, da sie über Nacht am Gerät oder am nächsten Labortag analysiert werden können.

## Probelösung A in Weißglas

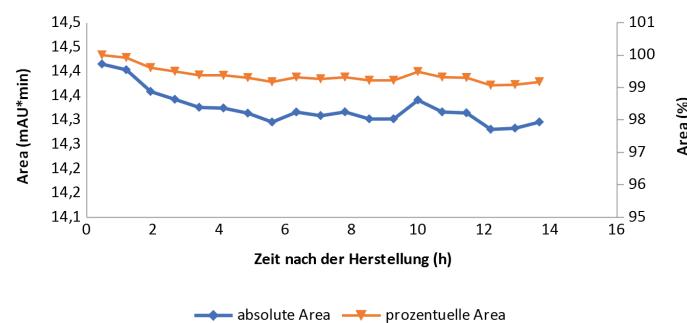


Abb. 2: Messung einer Probelösung, bei der der Gehalt an Wirkstoff mit der Zeit abnimmt (eigene Grafik)

# Lösungsmittelsubstitution für die wasserfreie Titration

von Maximilian Pichler



Abb. 1: Analysenwaage und Probeneinwaage (li.), Lösungsmittel mit Digital-Bürette (re.) (eigenes Foto)

## Einleitung

Das analytische Labor im Biodieselprozess verwendet Lösungsmittel, die in diversen Standards vorgeschlagen sind. Diese weisen einige Eigenschaften auf, die aufgrund von Toxizität, Dampfdruck und physikalischen Eigenschaften sicherheitstechnisch nicht ideal sind. Es sollte daher eine Substitution des eingesetzten Lösungsmittels durchgeführt werden, das entsprechend den Standards in den Arbeitsvorschriften von BDI festgehalten ist. Dabei sollen verschiedene Proben mit dem Referenz-Lösungsmittel und den neu gewählten Lösungsmitteln analysiert werden. Die erhaltenen Messwerte werden verglichen und die Löslichkeit der Probe wird notiert. Ziel ist eine Gegenüberstellung der Gesundheitsgefährdung mit den experimentellen Ergebnissen.

## Durchführung

Erhaltene Proben wurden erhitzt, damit sie fließfähig werden und warm auf der Analysenwaage eingewogen. Das Lösungsmittel mit Indikator wurde im Titrationskolben vorbereitet. Dieses Lösungsmittel wird mit der Maßlösung vortitriert, um es zu neutralisieren (Nullwert). Die noch warme Probe wird laut Vorschrift eingewogen (vgl. Abb. 1). Sind Analyten enthalten, verfärbt sich der Indikator und man kann mit der Maßlösung die Konzentration feststellen. Probenmasse und Maßlösungsvolumen werden für die spätere Auswertung dokumentiert.

## Ergebnisse

Die Auswertung aus der Gegenüberstellung ergab, dass Toluol/2-Propanol das geeignete Lösungsmittel ist, das auch als Alternative im Standard genannt wird. Es kann sowohl für die Bestimmung der Alkalinität als auch der Säurezahl herangezogen werden, obwohl es nur im Standard für die Bestimmung der Säurezahl angeführt wird (vgl. Abb. 2).

Lösungsmittel	Löslichkeiten bei NZ/FFA Überprüfung					Bewertung aus 39 Messungen in Schulnoten
	Anzahl sehr gut Wertungen	Anzahl gut Wertungen	Anzahl mäßig Wertungen	Anzahl schlecht Wertungen	Anzahl sehr schlecht Wertung	
Toluol / 2-Propanol (1:1)	31	6	2			1,26
Toluol / Ethanol (1:1)	30	6	2	1		1,33
2-Propanol	29	5	3		2	1,49

Abb. 2: Auszug aus der Bewertung der Löslichkeit (eigene Grafik)



# Oberflächentopographie von kathodischen Tauchlacken

von Philip Prader



Abb. 1: Mikroskop Keyence VHX-6000 (eigenes Foto)

## Einleitung

Die kathodische Tauchlackierung ermöglicht durch das Applizieren einer gleichmäßigen und vollständig abdeckenden Beschichtung, dass metallische Objekte (vor allem Autokarosserien) vor Korrosion geschützt sind. Jedoch weisen gewisse Lackkompositionen bessere Korrosionsschutzeigenschaften auf als andere. Durch Oberflächenspannung und Viskositätsveränderungen beim Einbrennen der Lacke kommt es vor allem an den Kanten metallischer Objekte zu Schichtdickeeinbußen. Daher sollte versucht werden, einen Zusammenhang zwischen der Oberfläche der untersuchten Lacke und der Temperatur, bei denen sie eingebrennt werden, herzustellen. Zur Oberflächenanalyse wurde mit dem neuen Digitalmikroskop Keyence VHX-6000 (siehe Abb. 1) gearbeitet und im Zuge dieser Arbeit Methoden für das Gerät entwickelt.

## Durchführung

Dazu wurden Prüfblechserien mit verschiedenen Lackzusammensetzungen beschichtet und bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 180°C eingebrennt. Im Anschluss wurden die Prüfbleche mit dem Digitalmikroskop VHX-6000 der Firma Keyence analysiert (siehe Abb. 2). Einerseits wurde versucht, qualitative Unterschiede bzw. Gemeinsamkeiten zwischen den Lacken festzustellen und andererseits wurden die Labor-Standardmethoden zur Bestimmung von Schichtdicke und Rauheit mit den Bestimmungsfunktionen des VHX-6000 verglichen.

## Ergebnisse

Es konnte gezeigt werden, dass die für den Kantenkorrosionsschutz entscheidenden Prozesse bereits bei verhältnismäßig niedrigen Einbrenntemperaturen stattfinden. Außerdem konnte gezeigt werden, dass durch Zusatz von Additiven die Korrosionsschutzeigenschaften verbessert werden können. Das VHX-6000 eignet sich sehr gut für gezielte Bestimmungen von Schichtdicke und Rauheit an einzelnen Stellen des Lacks, jedoch empfiehlt es sich, zur Messung gesamter Oberflächen auf die Standard-Labormethoden zurückzugreifen.

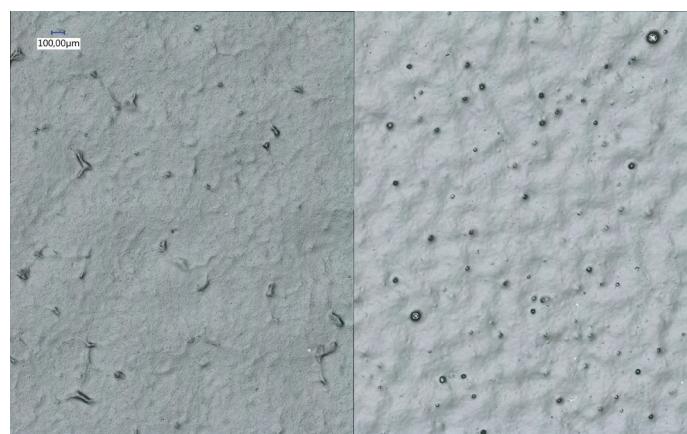


Abb. 2: Vergleich zweier unterschiedlicher Lacke bei 140°C (eigenes Foto)

# Quecksilberanalytik in Ersatzbrennstoffen

von Melissa Pschait



Abb. 1: MP-AES (eigenes Foto)

## Einleitung

Die Firma Saubermacher ist seit vielen Jahren Entsorger für anfallende gefährliche und nicht gefährliche Abfälle, die zum Teil zur thermischen Verwertung an Kunden der Zementindustrie zugestellt werden. Dabei muss, neben vielen anderen Parametern, auch der Quecksilbergehalt laut Abfallverbrennungsverordnung eingehalten werden, um nachteilige Einwirkungen auf Mensch, Tier und Umwelt möglichst zu vermeiden. Da die Quecksilberbestimmung mit der Mikrowellenplasma-Atomemissions-Spektroskopie (Abb. 1) sehr zeitintensiv und mit einem hohen Chemikalienverbrauch verbunden ist, wird eine neue Quecksilberanalysemethode, die kalte Atomabsorptions-Spektroskopie mit dem MA-3 Solo (Abb. 2), in Erwägung gezogen.

## Durchführung

Im Zuge des Projektes „Quecksilberanalytik in Ersatzbrennstoffen“ werden fünf, in großen Mengen anfallende Ersatzbrennstoffe herangezogen: Lösemittel-Wasser, Lösemittel, Altöl, feines und grobes Splitting-Material. Um folglich auf

den Schwermetallgehalt schließen zu können, werden Brenn- und Heizwert bestimmt. Anschließend werden die Quecksilberbestimmungen mittels Mikrowellenplasma-Atomemissions-Spektroskopie und kalter Atomabsorptions-Spektroskopie durchgeführt und die Methoden bezüglich ihrer Kosten, Dauer und Nachweisgrenzen verglichen. Als Referenzmessung dient die, von der Firma Clug durchgeführte, optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma.

## Ergebnisse

Die Quecksilberbestimmung mittels MA-3 Solo hat sich als bewährte Analysenmethode für die bestehenden Proben erwiesen und bringt viele Vorteile mit sich, wie eine kurze Messdauer, wenig Chemikalienverbrauch und geringer Aufwand bei der Probenvorbereitung, reproduzierbare Ergebnisse und eine Nachweisgrenze bis 0,01 ng. Das MA-3 Solo wäre bestens für die Quecksilberbestimmung im Labor geeignet, um zeitkritische Quecksilber-Proben innerhalb weniger Minuten zu analysieren.

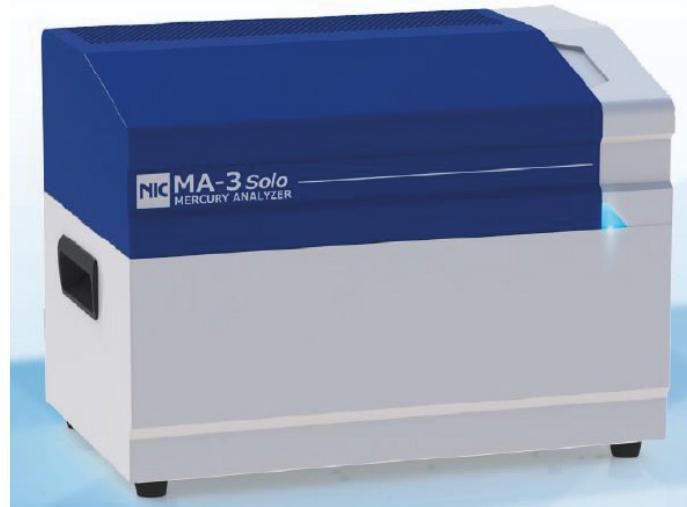


Abb. 2: MA-3 Solo (Nippon Instruments Corporation, Manual o.J.)



**Saubermacher Dienstleistungs AG**

Premstätten

Mag. Jörg Großauer



# Salzlöslichkeit in der Biodieselhebenproduktlinie

von Jakob Reichmann



Abb. 1: Glycerinphase einer Kaliummethanolat Anlage  
(eigenes Foto)

## Einleitung

Biodiesel gilt in der heutigen Zeit als einer der wichtigsten Alternativtreibstoffe und wird entweder in reiner Form verwendet oder dem fossilen Treibstoff beigemischt. BDI-BioEnergy International GmbH entwickelt Technologien zur Energiegewinnung aus Neben- und Abfallprodukten. Durch umwelt- und ressourcenschonende Prozesse wird aus diversen Abfallfetten und -ölen Biodiesel gewonnen.

Bei der Biodieselproduktion entsteht im Umesterungsprozess die sogenannte Glycerinphase (GLP). Diese besteht hauptsächlich aus Seifen, Glycerin, Methanol und Biodiesel und wird angesäuert. Dabei verdrängt die verwendete starke Säure die schwache Säure aus ihrem Salz. Die Seifen

und Säuren reagieren zu Salz und Fettsäuren. Die Fettsäuren sind hydrophob und nicht mehr in der GLP löslich, Salz fällt dabei, abhängig vom Löslichkeitsprodukt, als Niederschlag aus. Diese Vorgänge sollen mit unterschiedlichen Seifen und Säuren in dieser Arbeit genauer untersucht werden.

## Durchführung

Es wurden zuerst verschiedene GLP hergestellt (siehe Abb. 1), die jeweils mit  $H_2SO_4$ , HCl und Methansulfonsäure (MSA) angesäuert wurden. Nach der Ansäuerung wurde die GLP zentrifugiert (vgl. Abb. 2), damit sich das Glycerin von Salz und Fettsäuren trennt und anschließend neutralisiert werden kann. Das Glycerin wird daraufhin auf den Aschegehalt analysiert, um die Menge an gelöstem Salz festzustellen.

## Ergebnisse

Die geringste Menge an ausgefallenem Salz entstand bei der Ansäuerung mit HCl. Die Verwendung von HCl ist nachteilig, da sie sämtliche Bauteile der Anlage schnell korrodiert und schädigt. Bei der Ansäuerung mit MSA entstand teilweise ein Niederschlag, bei  $H_2SO_4$  bildete sich immer die gleiche Menge an ausgefallenem Salz. Es wird  $H_2SO_4$  empfohlen, da nur eine geringe Menge an Salz ausfällt und wenig Säure zur Ansäuerung benötigt wird.

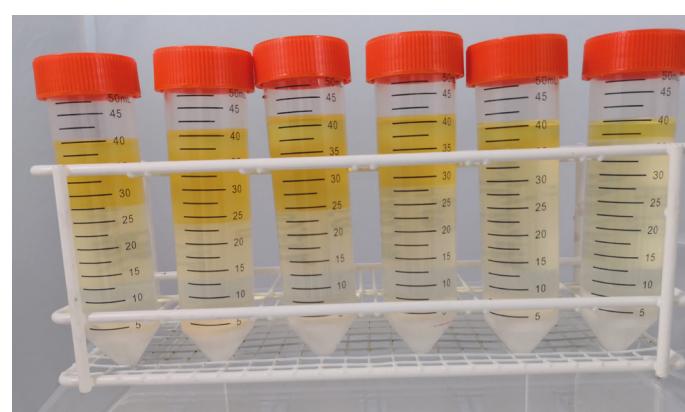


Abb. 2: Zentrifugierte Glycerinphasen  
(eigenes Foto)



BioEnergy International

# Determination of Vitamin B<sub>12</sub> by HPLC

von Martin Roth

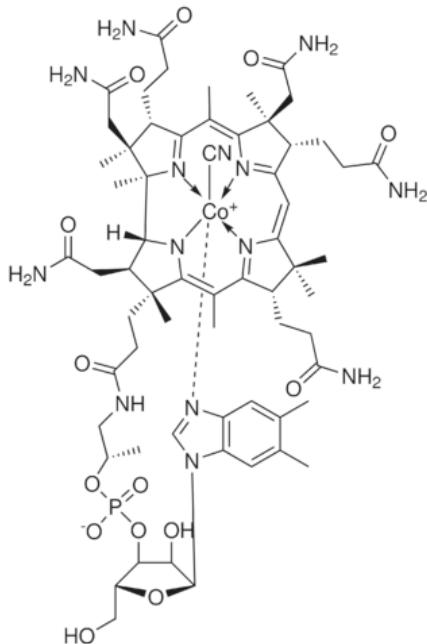


Fig. 1: Structure of cyanocobalamin (Sigma Aldrich 2019, Url: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/c3607?lang=de&region=DE> – Download 08.05.2019)

## Introduction

Vitamin B<sub>12</sub> (the main form cyanocobalamin is shown in fig. 1) is an essential nutrient which influences many important processes (from the formation of nerve cells in the spinal cord to the uptake of folic acid in erythrocytes) in the human body. Therefore, Vitamin B<sub>12</sub> is a significant part in the formulation of dietary supplements. The determination of Vitamin B<sub>12</sub> content in dietary supplements and drugs is crucial and of uttermost importance in the pharmaceutical industry.

Vitamin B<sub>12</sub> is hygroscopic, sensitive to light and has a relative short half-life in acidic conditions. P&G Health Austria GmbH & Co. OG Spittal an der Drau is currently using HPLC methodology (see fig. 2) to determine the Vitamin B<sub>12</sub> content in Neurobion® Forte-Dragees. The main goal of this

thesis was to optimize the currently implemented methodology and attain a longer stability of standard and sample solutions.

## Experimental part

Four different experiments were performed. First B<sub>12</sub> standard substance solutions at 3 different pH values were prepared and the stability of each individual solution was measured over 24 hours. The findings from the first experiment were tried to be replicated using Vitamin B<sub>12</sub> raw material commonly used at P&G Health Austria GmbH & Co. OG Spittal an der Drau. Afterwards, the stability of Neurobion® Forte-Dragees finished product was tested under the chosen (optimized) conditions alongside a B<sub>12</sub> standard solution.

## Results

The tested conditions regarding mainly the pH value and the temperature show significant improvements in terms of cyanocobalamin stability compared to initial conditions. However, it has to be noted that these tests were done by only one person using only one HPLC unit.



Fig. 2: HPLC setup (own photo)



**P&G Health Austria GmbH & Co. OG**

Spittal/Drau

Alexander Wedam-Leeb, BSc



# Analyse von Farbstoffen

von Matti Schmidt

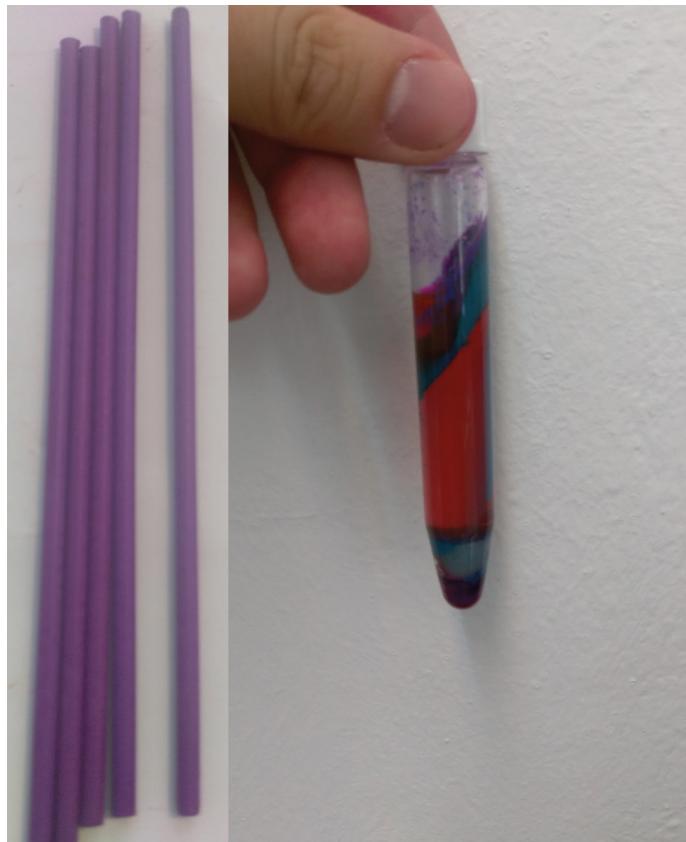


Abb. 1: Farbe vor (li.) und nach (re.) der Reaktion (eigenes Foto)

## Einleitung

Da primäre aromatische Amine krebserregend, aber in vielen Industriebereichen unabdingbar sind, ist ihre Gehaltsbestimmung von großer Wichtigkeit. Das gilt besonders, wenn Kinder mit Spuren dieser Amine in Kontakt kommen könnten, wie bei Buntstiften. In diesen werden Azofarbstoffe verwendet, die im Körper im Rahmen des Stoffwechsels zu aromatischen Aminen abgebaut werden könnten. Ziel der Diplomarbeit war es, eine neue Arbeitsanleitung zu erstellen, die diesen möglichen Abbau bei der Analyse mit berücksichtigt.

## Durchführung

Zunächst wurde aus zwei bestehenden Arbeitsvorschriften eine gemeinsame Analysenmethode entwickelt. Eine der Normen regelt die Analyse von Aminen in Spielzeugen, die andere beschreibt die Reduktion von Azofarbstoffen in Textilien. Der resultierende Arbeitsablauf sollte in den Proben vorhandene Azofarbstoffe zu Aminen reduzieren und diese anschließend mit Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) bestimmen. Dabei diente Natriumdithionit als Reduktionsmittel. Anhand dieser neuen Methode wurden dann Proben von Farbstoffen und Buntstiftdingen untersucht.

## Ergebnisse

Die neue Arbeitsvorschrift genügte den Qualitätsanforderungen beider Normen. Den Fortschritt der Reduktion konnte man zum Teil an deutlichen Farbänderungen der Proben sehen (Abb. 1). Die bisher übliche GC-MS-Methode zur Bestimmung aromatischer Amine konnte durch eine deutlich schnellere ersetzt werden (Chromatogramm in Abb. 2). Zusätzlich wurden weitere Möglichkeiten, Zeit einzusparen, gefunden. Von den untersuchten neun Buntstiftdingen wiesen drei Dinge erhöhte Werte für mindestens eines der untersuchten Amine auf. Sollten zukünftige Vorschriften geringere Grenzwerte vorsehen, müssten diese drei Pigmente vermutlich in geringerem Ausmaß eingesetzt oder sogar ganz vom Markt genommen werden.

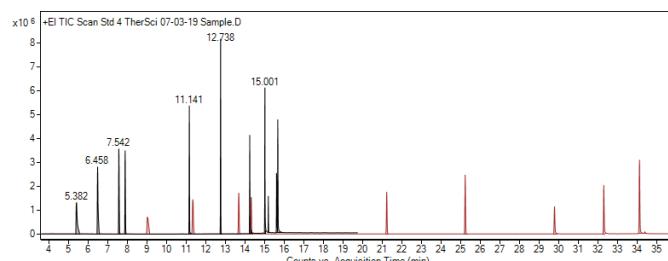


Abb. 2: Vergleich der neuen Temperaturmethode (schwarz) mit der gängigen (rot) (eigene Messung)

**Brevillier**  
URBAN & SACHS



**Brevillier Urban & Sachs GmbH & Co KG**  
Graz

DI Walter Rabitsch  
Michaela Lintschinger

# Phenolische OH-Gruppen in Lignosulfonaten

von Carmen Semlitsch

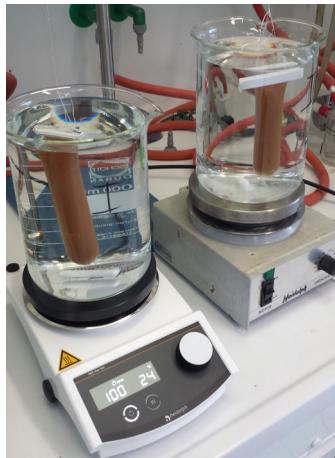


Abb. 1: Versuchsaufbau einer Dialyse (eigenes Foto)

## Einleitung

In der Papier- und Zellstoffindustrie fallen jährlich unzählige Tonnen an Lignin an. Lignin ist in allen gefäßbildenden Pflanzen enthalten und kommt durch die Verwendung von Holz in den Zellstoffherstellungsprozess. Da der Zellstoff insbesondere zur Verwendung in grafischen Papieren eine hohe Weißheit aufweisen soll, ist Lignin im Zellstoff nicht erwünscht, da es das Papier vergilbt. Aus diesem Grund wird Lignin mit Hilfe von sogenannten Kochchemikalien aus dem Holz herausgelöst und die entstandene Lauge stofflich verwertet oder verbrannt.

Lignin besitzt disperse Eigenschaften und weist eine hohe Anzahl an natürlichen aromatischen Verbindungen auf, die einen großen Nutzen für die Industrie haben könnten. In der Firma Sappi Papier Holding GmbH am Standort Gratkorn wird daran geforscht, eine wirtschaftliche Methode zu finden, Lignin wieder aus den Abläufen isolieren zu können und in Produkte umzuwandeln. Dazu ist eine gute Charakterisierung des Lignins notwendig.

Das Ziel der Arbeit war es, mittels Dialyse Dünnlaugen aufzureinigen und damit ein möglichst sauberes und repräsentatives Lignin für die Charakterisierung zur Verfügung zu haben. Ebenso wurden zwei Messmethoden für pheno-

lische OH-Gruppen, die charakteristisch für die chemischen Eigenschaften von Lignin sind, miteinander verglichen.

## Durchführung

Es wurden zwei verschiedene Arten von Dünnlaugen dialysiert (Abb. 1) und die Methode auf Wiederholbarkeit geprüft. Es wurden ein Hach-Lange Schnelltest und eine Bestimmung mit Folin-Ciocalteu Reagenz (Abb. 2) durchgeführt und miteinander verglichen.

## Ergebnisse

Die Werte der Dialyse zeigten, dass die Methode für die Aufreinigung von Dünnlaugen wiederholbar ist. Jedoch wichen die Ergebnisse für die OH-Gruppen Bestimmung der Lignosulfonate zu stark voneinander ab, um unterschiedliche Dünnlaugen direkt miteinander vergleichen zu können. Mit dieser Arbeit konnte ein wichtiger Beitrag für die Entwicklung der Ligninisolierung als Probenvorbereitung im Labor geleistet werden.



Abb. 2: Verdünnungsreihe für eine photometrische Messung mit Folin-Ciocalteu Reagenz (eigenes Foto)

# sappi

**Sappi Papier Holding GmbH**  
Gratkorn

Priv.-Doz.<sup>in</sup> DI<sup>in</sup> Dr.<sup>in</sup> Hedda Weber  
Jörg Steinkleiber



# Zuckeralkohole und organische Säuren in Zellstoff-Ablaugen

von Martina Thurnschegg

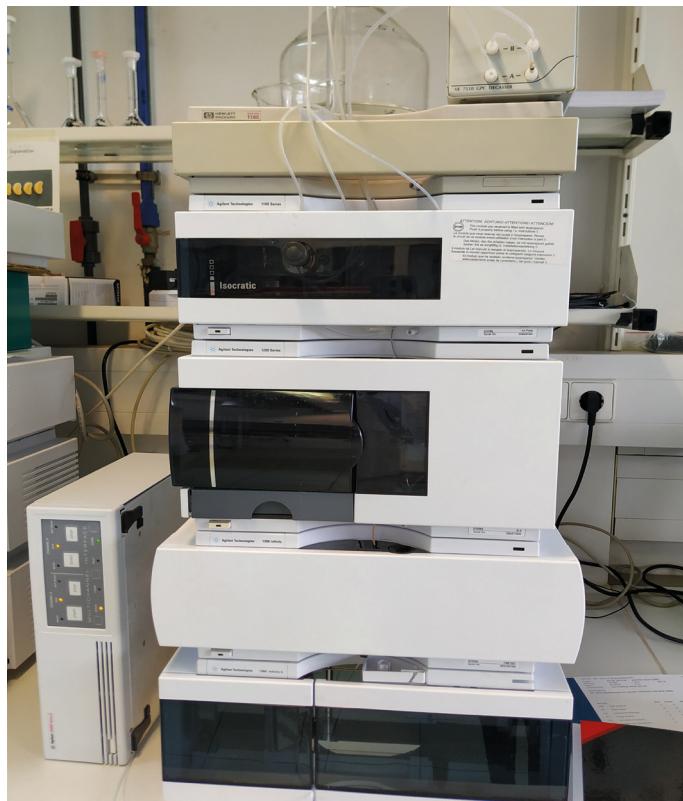


Abb. 1: Aufbau einer HPLC (eigenes Foto)

## Einleitung

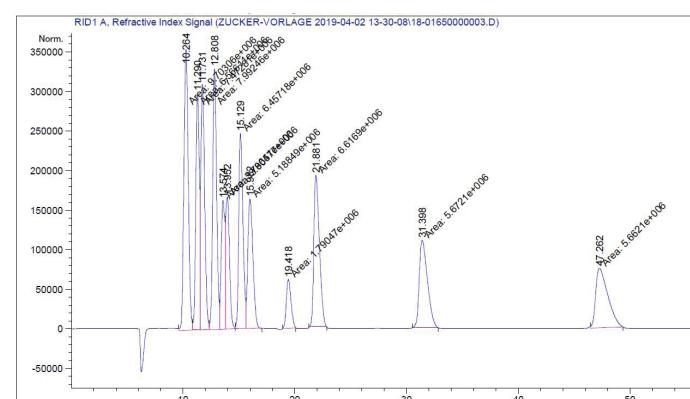
In der Papier- und Zellstoffindustrie fallen jährlich beim Holzaufschlussprozess beträchtliche Mengen an Produkten, wie Zucker, Zuckeralkohole und organische Säuren, in einem Nebenstrom der Zellstoffgewinnung an. Wichtig ist dabei, den Gehalt der Stoffe in den Ablaugen der Zellstoffproduktion zu kennen. Dazu soll eine bestehende HPLC-Methode optimiert und adaptiert werden, um das Portfolio an detektierbaren Verbindungen um diese Produktklassen bei der Sappi-Papier Holding GmbH in Gratkorn zu erweitern.

## Durchführung

Zuerst wurden die einzelnen Substanzen, die in der Ablauge vermutet werden, mit einer vorgegebenen Methode an der HPLC (Abb. 1) auf einer H-Säule nach vorheriger Kalibration gemessen. Um zu überprüfen, ob sich die einzelnen Substanzen nicht in ihrer Retentionszeit überschneiden, wurde ein Mischstandard hergestellt und analysiert. Nachdem nicht alle Substanzen basislinien-getrennt waren (Abb. 2), wurden zur Optimierung der Methode, die Flussrate und die Säulentemperatur verändert. Ein HPLC-Methodenvergleich auf einer Blei-Säule und mit einer GC-Methode wurde als Benchmark durchgeführt. Danach wurde die Kalibration der Säule mit allen Substanzen in einem Mischstandard vorgenommen, damit die Messung der Realproben von Sappi Produktionsbetrieben erfolgen konnte.

## Ergebnisse

Grundsätzlich ließen sich die gewünschten Analyten in Realproben quantifizieren. Die Auswertung der Proben zeigte aber einen deutlich größeren Schwankungsbereich bei den Realproben als bei den Mischstandards. Das lässt sich mit Matrixeffekten in den Realproben, Alterungsprozessen beim Probentransport zum Analytik Labor und Schwankungen in der Holzqualität erklären.



# HPLC und HPTLC-Methodenequivalenzstudie

von Carina Trummer

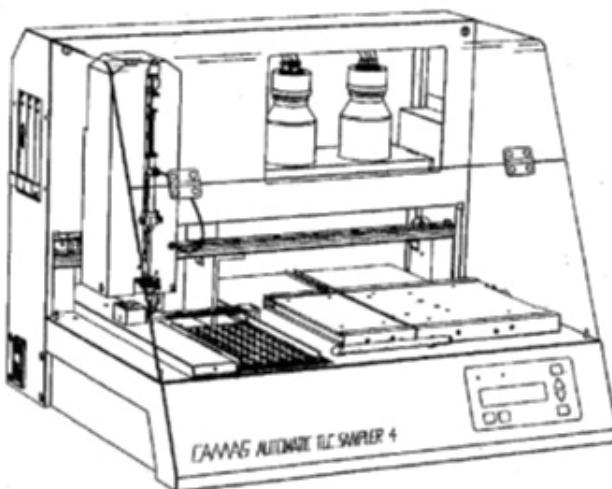


Abb. 1: HPTLC- DC-Probenaomat 4 (vgl. CAMAG DC-Probenaomat 4 2009, S. 7).

## Einleitung

Eine der wichtigsten Tätigkeiten in der Pharmaindustrie ist die Überprüfung der Reinheit von Arzneimitteln. Es soll die Überprüfung der Reinheit einer Produktprobenlösung mittels HPTLC (high-performance thin-layer chromatography) im Vergleich zu einer HPLC-Methode durchgeführt werden. HPTLC ist eine hochtechnische Version der klassischen Dünnschichtchromatografie (vgl. Abb. 1), wobei einige Schritte wie Probenaufladung und Detektion automatisiert werden. Hauptaugenmerk bei dieser Arbeit ist der Vergleich zwischen den beiden Methoden. Der Vergleich soll einen Umstieg auf die HPTLC-Methode ermöglichen.

## Durchführung

Für die Analyse mittels HPTLC wurden die Proben verdünnt. Danach wurden die Proben und der Standard mittels automatischer Auftrageeinheit auf eine Kieselgelplatte aufgetragen. Anschließend wurde die Platte in einer

Doppeltrogkammer entwickelt und nach dem Tauchen in Reagenzlösung, die Analyten detektiert. Als Ergebnis wurde ein Chromatogramm erhalten (siehe Abb. 2). Die daraus erhaltenen Messwerte wurden mit den zuvor generierten Werten der HPLC-Analyse verglichen.

## Ergebnisse

Beim Methodenvergleich stellte sich heraus, dass die Werte der Methoden nicht miteinander vergleichbar sind. Dies ist der Fall, da HPTLC und HPLC zwei verschiedene Geräte mit unterschiedlichen Messprinzipien sind. Jedoch konnte festgestellt werden, dass die Werte der HPTLC-Methode in sich konsistent sind. Mit einem anschließenden Validierungsversuch wurden die Prüfpunkte Spezifität, Richtigkeit und Reproduzierbarkeit der HPTLC-Methode bewiesen. Mit diesen Ergebnissen kann für einen Umstieg auf die HPTLC-Methode argumentiert werden, jedoch muss für eine GMP-gerechte Anwendung eine zusätzliche produktspezifische Methodenvalidierung erfolgen.

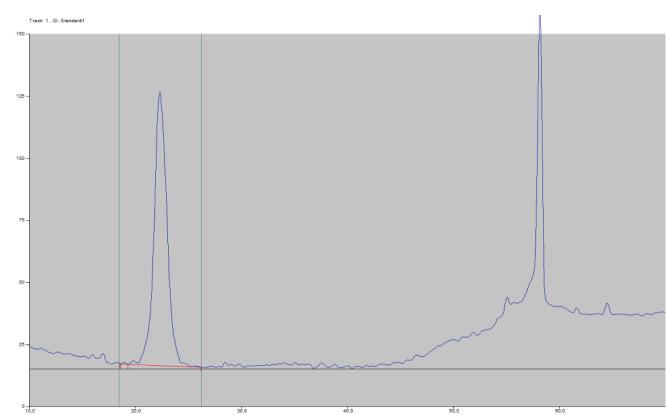


Abb. 2: LPC-Peak – Standard - HPTLC-Messung 26.03.2019 (eigene Messung)



**ISOVOLTA**  
GROUP



■ [www.isovolta.com](http://www.isovolta.com)  
■ [recruiting@isovolta.com](mailto:recruiting@isovolta.com)

■ ISOVOLTA AG  
Vianovastraße 20  
8402 Werndorf  
T: +43 5 9595-9500





Als global tätiges Unternehmen ist **Allnex ein führender Zulieferer von Kunsthären** für die Bereiche Automobil, Architektur, Industrie und Beschichtungen für besondere Zwecke. Höchstmögliche Qualität der Produkte, Umweltschutz und Sicherheit haben bei uns oberste Priorität. Wir sind zertifiziert nach EN ISO 9001, EN ISO 14001 und Öko-Audit V.O. Mit Herstellungsstandorten und Zentren für Forschung und Entwicklung auf der ganzen Welt bieten wir unseren Kunden darüber hinaus reaktionsschnelle lokale Unterstützung und sind dabei behilflich, rasch weiterentwickelte Beschichtungslösungen auf den Markt zu bringen.

**Allnex Austria GmbH, Leechgasse 21, A-8010 Graz, Tel.: +43-(0)50 399-0 [www.allnex.com](http://www.allnex.com)**

**allnex**  
The Coating Resins Company

**BDI**   
BioEnergy International

# develop.design.build

20+ years of know-how focused on Multi-Feedstock BioDiesel technology  
Optimization and modernization of existing plants  
Creation of added value from waste fats, oils and greases

**BioDiesel**  
Multi-Feedstock technology  
from the market leader

**RetroFit**  
Tailor made solutions for  
your individual needs

**bioCRACK**  
Advanced biofuels from  
lignocellulosic biomass

[www.bdi-bioenergy.com](http://www.bdi-bioenergy.com)



## Atomic Spectroscopy Portfolio

### Comprehensive, trusted

Agilent's atomic spectroscopy portfolio offers powerful and reliable solutions for the most diverse application coverage, while our unique MP-AES and ICP-QQQ technologies deliver new possibilities for your lab.

- Productive, user-friendly and exceptionally reliable
- Low cost of ownership
- Maximize your productivity with genuine Agilent parts, supplies, services and support

Learn more at [www.agilent.com/en/products/atomic-spectroscopy](http://www.agilent.com/en/products/atomic-spectroscopy)



Agilent 280FS AA



Agilent 4210 MP-AES



Agilent 5110 ICP-OES



Agilent 8900 Triple Quadrupole ICP-MS



Chemistries and Supplies



Support and Services

© Agilent Technologies, Inc. 2019

## *Kompetenz für das Labor*

Unser Lieferprogramm umfaßt :  
Laborhilfsmittel und Arbeitsschutz, Chemikalien, Laborgeräte  
bzw. Laborzubehör und Laboreinrichtungen

**Jetzt gratis Katalog anfordern unter [www.lactan.at](http://www.lactan.at)!**



**LACTAN**  
Chemikalien und Laborgeräte



8020 Graz, Puchstraße 85 | Tel.: 0316/323692-0 | Fax: 0316/382160  
[info@lactan.at](mailto:info@lactan.at) | [www.lactan.at](http://www.lactan.at)



## Werkmeisterschule für Chemie



**Chemisches Fachwissen** für viele Branchen:  
MitarbeiterInnen der **Papier-, Textil-, Pharma-, Leder-, Lebensmittel- und Galvanikindustrie** sowie von **Entsorungs- und Recyclingsunternehmen** profitieren von der bei uns erworbenen Kompetenz!

- 2 Jahre berufsbegleitend
- Beinhaltet die UnternehmerInnenprüfung
- Ersetzt die 4. Teilprüfung der Berufsreifeprüfung

[www.chemiewerkmeisterschule.at](http://www.chemiewerkmeisterschule.at)

