

DIPLOMARBEITEN 2024

Chemie Akademie – Kolleg für Chemie





Impressum

REDAKTION

Team der Chemie Akademie

Körblergasse 106

8010 Graz

office@chemie-akademie.at

www.chemie-akademie.at

FOTOS

© Stefan Kristoferitsch (Studierendenphotos)

© INTOUCH Werbe- & Internetagentur (Seite 2)

© Alica Traar und Studierende (Seite 3 & 5)

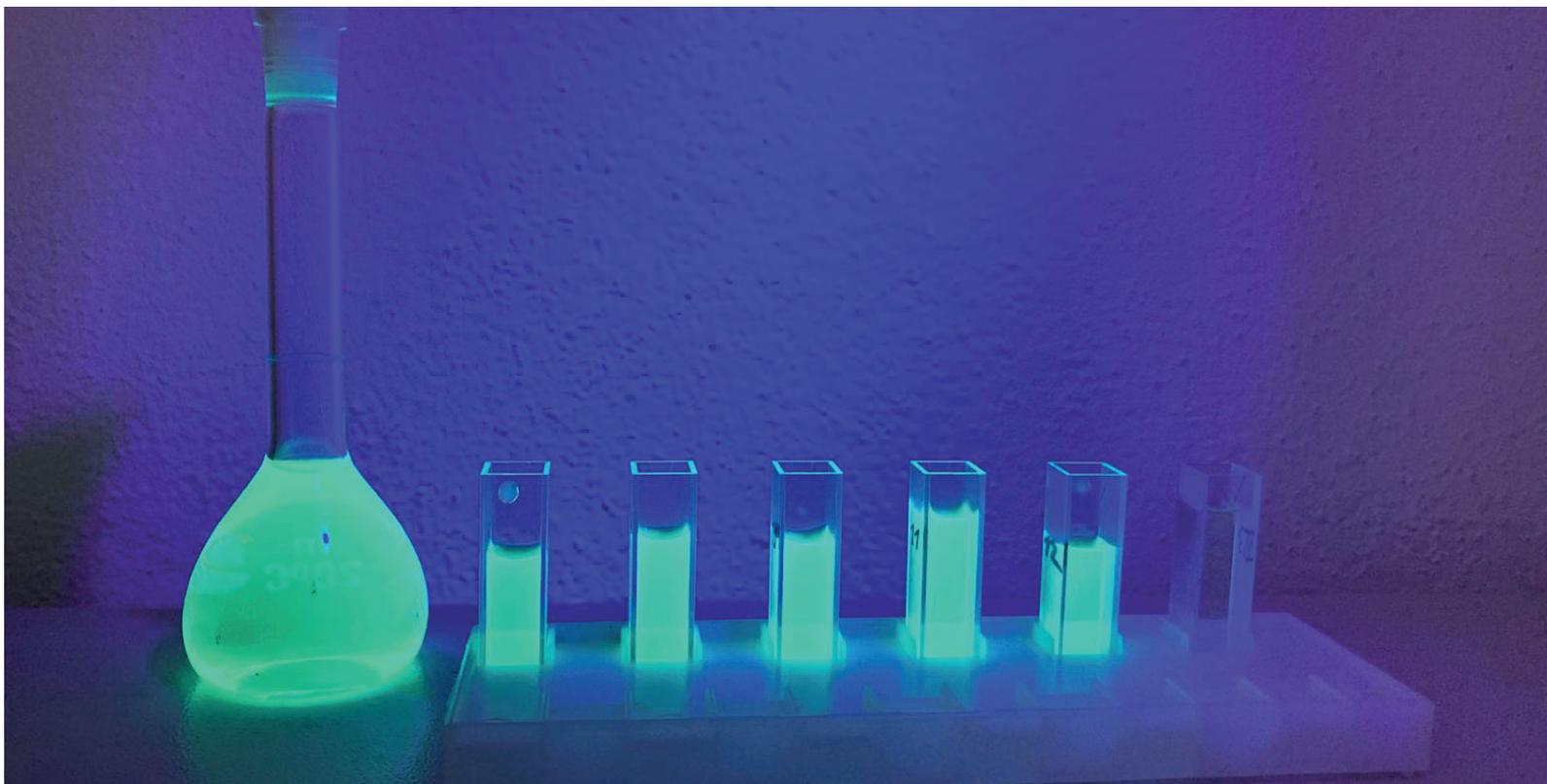
LAYOUT

Webentwicklung Ideenreich

www.web-ideenreich.at

TITELBILD

© Alice Traar



JEDER NEUANFANG BIRGT NEUE CHANCEN

Das vergangene Jahr war für uns alle aufregend und herausfordernd zugleich. Besonders anspruchsvoll waren die Planung und Finanzierung des Umzuges der Chemie Akademie im Sommer 2024, der eine neue Ära für unsere Institution einläutet. Die Bedingungen am alten Standort waren bereits seit einiger Zeit nicht mehr optimal, was die Notwendigkeit eines Wechsels nur umso dringlicher machte.

Der neue Standort ist nicht nur größer, sondern auch mit modernsten Laboratorien ausgestattet. Die hervorragende Lage ermöglicht es uns, intensiver mit anderen Bildungseinrichtungen zu kooperieren und von neuen Synergien zu profitieren. Ein Highlight ist die Einführung neuer Lehrgänge, wie beispielsweise Green Chemistry, die den aktuellen Anforderungen und Trends in der Wirtschaft gerecht werden.

Unsere Studierenden haben trotz der widrigen Umstände am alten Standort unermüdlichen Einsatz und außerordentliche Motivation gezeigt. Ihr Fleiß und das starke Gemeinschaftsgefühl im Jahrgang waren beeindruckend. Sie unterstützten sich gegenseitig und meisterten die Herausforderungen gemeinsam, was sich auch in der Qualität der vorliegenden Diplomarbeiten widerspiegelt.

Wir freuen uns, Ihnen in dieser Mappe die herausragenden Leistungen unserer Studierenden präsentieren zu dürfen. Jede einzelne Arbeit ist ein Beweis für den Einsatz, die Kreativität

DIⁱⁿ Dr.ⁱⁿ Andrea HICKEL
Leiterin der
Chemie Akademie



und das Durchhaltevermögen, das unsere Studierenden auch in schwierigen Zeiten gezeigt haben.

Dank gilt allen, die uns und unsere Studierenden dabei unterstützt haben.

Wir blicken nun zuversichtlich in die Zukunft und freuen uns darauf, an unserem neuen Standort weiterhin exzellente Lehre betreiben zu können.

DIⁱⁿ Dr.ⁱⁿ Andrea HICKEL

Leiterin der Chemie Akademie



MMag.^a Barbara Eibinger-Miedl
Landesrätin
für Wirtschaft,
Tourismus, Regionen,
Wissenschaft und
Forschung



Sehr geehrte Damen und Herren,

die Innovationskraft unserer Unternehmen ist der wesentliche Erfolgsfaktor des steirischen Wirtschaftsstandorts. Dazu braucht es in erster Linie qualifizierte und motivierte Fachkräfte. Die Chemie Akademie trägt mit ihrer praxisorientierten Ausbildung maßgeblich dazu bei, diesem Bedarf zu begegnen. Dabei sind ökologische Lösungen, der Einsatz umweltfreundlicher Produkte und ein bewusster Umgang mit den Ressourcen Energie und Wasser zentrale Bestandteile der Ausbildung.

Dank der engen Zusammenarbeit mit führenden heimischen Unternehmen können die Studierenden wertvolle Praxiserfahrungen sammeln und ihr Wissen vertiefen. Von dieser gut funktionierenden Kooperation profitieren sowohl unsere Betriebe, als auch die Absolventinnen und Absolventen, die äußerst gefragte Fachkräfte in der steirischen Industrie und Wirtschaft

sind. Nach der Ausbildung an der Chemie Akademie bietet sich ihnen daher eine Vielzahl an beruflichen Chancen.

Allen Absolventinnen und Absolventen gratuliere ich auf diesem Wege herzlich zu ihrem erfolgreichen Ausbildungsabschluss und wünsche ihnen viel Erfolg auf ihrem weiteren beruflichen Weg. Ich bin davon überzeugt, dass sie bestens für ihre zukünftige Karriere gerüstet sind.

Den Lehrenden danke ich für ihr großes Engagement und wünsche für die bevorstehende Übersiedelung an den neuen Standort viel Erfolg!

Herzlichst,

MMag.a Barbara Eibinger-Miedl
Wirtschafts- und Forschungslandesrätin



SQM Mag. Bernd Steiner

Schulqualitätsmanager
Bildungsdirektion
Steiermark

WENN DIE CHEMIE PASST, FOLGT AUCH DIE REAKTION!

Sehr geehrte Damen und Herren,

herzlich willkommen zur Diplomfeier 2024 des Kollegs der Chemie Akademie.

Sowohl in Industrie als auch in Forschung treibt die Chemie die wirtschaftliche Entwicklung von Graz und der Steiermark an. Aus diesem Grund steigt die Nachfrage nach gut qualifizierten Fachkräften in der Chemiebranche, was zum einen ökonomische Vorteile mit sich bringt, zum anderen aber auch einen Beitrag in Richtung Umweltschutz und Nachhaltigkeit bedeutet. Besonders erfreulich ist diese hervorragende Aussicht auf berufliche Perspektiven für unsere Absolventinnen und Absolventen. Diese sind nach zweijähriger praxisorientierter Ausbildung am Kolleg

ideal auf einen Einstieg und auch Aufstieg in Wirtschaft und Forschung vorbereitet.

Die Chemie Akademie bietet als Einzige im Bereich der mittleren und höheren Bildungseinrichtung in der Steiermark eine umfassende Ausbildung im Fach Chemie und ist somit eine einzigartige Institution in unserer Region. Der allgemeine Anspruch an Bildungseinrichtungen ist bekanntermaßen hoch. Deshalb ist es umso wichtiger auf vielfältige Unterrichtsmethoden und eine individualisierte Lernumgebung zu setzen, um den individuellen Bedürfnissen der Studierenden gerecht zu werden. Durch die Neuerrichtung der Chemie Akademie tragen wir aktiv zur Weiterentwicklung des Bildungssektors sowie unserer Region bei und blicken optimistisch einer erfolgreichen Zukunft entgegen.

SQM Mag. Bernd Steiner

Dr. Günter Riegler
Wirtschaftsstadtrat



WO DIE MOLEKÜLE NUN TANZEN UND SICH FACHWISSEN MIT INNOVATION VERBINDET

Graz ist ein international angesehener und traditionsreicher Produktions- und Technologiestandort. Eine wesentliche Voraussetzung dafür ist die gut funktionierende Brücke zwischen Forschung, Ausbildung und Produktion vor Ort.

Mit der Chemie Akademie verfügt die steirische Landeshauptstadt im Bereich der chemischen Ausbildung über ein Alleinstellungsmerkmal, das es in dieser Form kein zweites Mal in der Steiermark gibt. Umso erfreulicher ist es für mich, dass die Chemie Akademie mit Unterstützung der Stadt Graz an einem neuen Standort am Gelände der Wirtschaftskammer Steiermark untergebracht und so langfristig in ihrem Bestand abgesichert werden konnte. Ich wünsche dem Team viel Freude und alles Gute in den neuen Ausbildungsräumlichkeiten!

Ihnen, liebe Absolventinnen und Absolventen, möchte ich herzlich zu Ihrem erfolgreichen Ausbildungsabschluss gratulieren. Ich bin davon überzeugt, dass Sie der steirischen und Grazer Wirtschaft mit Ihrem erlernten Wissen viel Freude bereiten werden. Für Ihren weiteren Lebens- und Berufsweg wünsche ich Ihnen alles Gute und viel Erfolg!

Herzlichst
Dr. Günter Riegler, Wirtschaftsstadtrat





Evaluierung unterschiedlicher Adsorptionsverfahren zur Ölaufbereitung

von Antunovic Martina



Abb. 1: Erwärmung des Reaktionsgemischs

EINLEITUNG

Biokraftstoffe sind zentrale Bestandteile moderner Kraftstoffe. Eine biogene Treibstoffvariante ist das hydrierte Pflanzenöl (HVO), das mittels Hydrotreating-Verfahren aus Ölen und Fetten gewonnen wird. Obwohl die Produktionskosten höher sind als die des Biodiesels, kann HVO aufgrund seiner Eigenschaften in höheren Anteilen dem mineralischen Diesel zugesetzt und auch als Flugkraftstoff verwendet werden. Um die bei diesem Verfahren notwendigen Katalysatoren zu schützen, müssen vor allem abfallbasierte Rohstoffe wie Altspeiseöl und Tierfette vor der Verarbeitung in HVO-Anlagen mittels verschiedener Adsorptionsverfahren von Verunreinigungen befreit werden.

ZIELSETZUNG

Die Adsorptionswirkung und die Filtrationseffizienz von Tierfetten sollen getestet werden, um unerwünschte Inhaltsstoffe wie unverseifbare Bestandteile, Phosphor, Schwefel, Stickstoff, Metalle und Chloride zu reduzieren. Dadurch soll die Reinheit der Rohstoffe verbessert werden und ihre Eignung für die HVO-Produktion sichergestellt werden.

DURCHFÜHRUNG

In vier Versuchsserien wird eine Vakuumfiltration von Tierfett mit unterschiedlichen Kombinationen und Mengen von Adsorbentien und Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wird das Gemisch aus Tierfett, Adsorbens und Filterhilfsmittel zunächst erhitzt und gerührt (Abb. 1). Das Reaktionsgemisch wird über eine beheizte Filternutsche filtriert, um einen gleichmäßigen Filterkuchen aufzubauen (Abb. 2). Nach jedem Versuch wird der Gehalt von P, N, S und Metallen in einem externen Labor analysiert.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass Adsorbentien besonders effektiv bei der Entfernung von P, S und N sind. Dagegen hat sich die Filtration mit Filterhilfsmitteln als beste Methode zur Entfernung von Metallen aus den Tierfetten erwiesen. Daher können auch Abfallstoffe wie Tierfette, die zur Entfernung von Verunreinigungen vorbehandelt werden, im HVO-Prozess verwendet werden.



Abb. 2: Filtration des Reaktionsgemischs



Methodischer Vergleich von Weinmessungen mit unterschiedlichen Methoden der IR-Spektroskopie

von Bergner Carmen



Abb. 1: Lyza 5000 Wine integriert in ein Alcoalyzer Weinanalysesystem (Anton Paar).

EINLEITUNG

Anton Paar GmbH ist ein Unternehmen, welches hochpräzise Laborinstrumente herstellt. Unter anderem werden FTIR-Geräte, die besonders am Weinmarkt verbreitet sind, damit auch Weinbauern in Sekundenschnelle Qualitätskomponenten wie den Ethanol-, Zucker-, sowie den Säuregehalt in Weinen bestimmen können, hergestellt.

ZIELSETZUNG

Im Rahmen dieser Arbeit sollen unterschiedliche Weinproben durch Dreifachbestimmung mit zwei FTIR-spektroskopischen Messgeräten, wobei eines über eine Germanium-ATR Zelle (Abb. 1) und das andere über eine Transmissionszelle aus CaF_2 (Abb. 2) verfügt, vermessen werden. Das Ziel ist es, die IR-Spektren der beiden Messgeräte auf Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit zu überprüfen und auszuwerten. Zudem soll die Vermessung von Weinproben mit einer Referenzmethode zur Bestimmung des Ethanolgehalts mit dem Alcoalyzer-Weinanalysesystem (Abb.1) stattfinden. Auf Basis dessen soll eine lineare Kalibration zur Bestimmung des Alkoholgehalts in den Weinen erstellt werden.

DURCHFÜHRUNG

Die Weinproben werden über einen Faltenfilter filtriert. Zur Analyse mit der ATR-Zelle werden die Vials befüllt und über einen Autosampler zugeführt, wobei jeder Wein einer Dreifachbestimmung unterzogen wird. Die Befüllung der Transmissionszelle erfolgt manuell mit einer Luer Spritze.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Ergebnisse zeigen, dass die Messwerte der ATR-Messzelle im Vergleich zu den Transmissionsmesswerten eine geringere Abweichung zu den Alcoalyzer-Referenzwerten haben. Die Auswertung zeigt auch, dass sowohl zuckerhaltige als auch alkoholfreie Weine in diesem Ausmaß nicht für die Analyse geeignet sind. Weine zwischen 11-14 %Vol lassen sich gut mit der erstellten linearen Kalibration analysieren. Um eine für alle Weine gültige Kalibration zu erstellen, muss noch eine Vielzahl an Weinen vermessen werden und daraus ein chemometrisches Modell erstellt werden.



Abb. 2: Innenansicht Transmissionszelle (Anton Paar)



Verläufe von PAK-Gehalten in Straßenstaub aus dem Grazer Stadtgebiet

von Duschnig Marlena



Abb. 1: Extraktionsvorgang der PAK aus dem Straßenstaub im Ultraschallbad

EINLEITUNG

Luftschadstoffe stellen ein bedeutendes Umwelt- und Gesundheitsproblem dar, das weltweit Aufmerksamkeit erfordert. Zu diesen Schadstoffen zählen die polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK). Diese zum Teil gesundheitsschädlichen Stoffe gelangen durch natürliche Verbrennungsprozesse sowie durch Verkehr und Industrie in die Atmosphäre. Die Analyse der PAK ist essenziell, da sie nur schwer abbaubar sind und sich durch ihre lipophilen Eigenschaften im Körper anreichern können.

ZIELSETZUNG

Das Ziel dieses Projektes, welches in Zusammenarbeit mit dem Umweltamt der Stadt Graz erfolgt, ist es den saisonalen Verlauf des Gehalts an PAK im Straßenstaub zu untersuchen und mit den Ergebnissen der Jahre 2016 bis 2024 zu vergleichen. Es sollen die 16 PAK analysiert werden, welche von der Environmental Protection Agency festgelegt wurden.

DURCHFÜHRUNG

Die Probenahme des Straßenstaubs erfolgt über einen Zeitraum von einem Jahr an der Martinhofstraße 111 und dem Weiber-

felderweg 1. Die Proben werden gemäß einem standardisierten Verfahren vorbereitet, welches eine Siebanalyse, eine Extraktion mittels Cyclohexan in einem Ultraschallbad (Abb. 1) und eine anschließende Zentrifugation umfasst. Die Analyse erfolgt mittels einer Gaschromatographie-Massenspektrometrie-Analyse (GC-MS) im SIM-Modus. Des Weiteren werden noch der Wassergehalt durch Trocknung sowie der Anteil an organischem Material in den Proben durch Glühen ermittelt.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Das Analysenergebnis zeigt, wie in den Vorjahren, einen höheren PAK Gehalt am verkehrsbelasteten Weiberfelderweg (Abb.2) gegenüber der Probenahmestelle der Martinhofstraße. Es wird aber generell eine geringere Konzentration an PAK in den Jahren 2023 und 2024 nachgewiesen. Gründe dafür könnten die stark angestiegenen Heizkosten, die Inflation und auch der milde Winter sein, die zu einem geringeren Energieverbrauch führten und somit auch zu einer geringeren PAK Emission. Indem man in diesem Bereich auf erneuerbare Energien setzt, ist es möglich, einen wichtigen Beitrag zur Nachhaltigkeit und zum Schutz unserer begrenzten Ressourcen zu leisten.

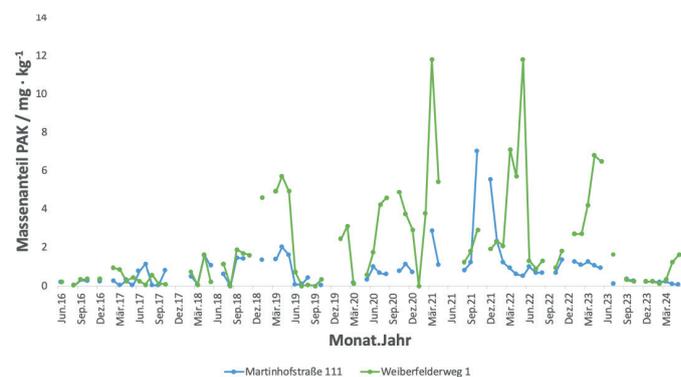


Abb. 2: PAK Konzentrationen im Straßenstaub von 2016 bis 2024



PAK-Gehalts-Bestimmung in Straßenstaub aus dem Grazer Stadtgebiet

von Ebner Kellen



Abb. 1: Staubproblem

EINLEITUNG

PAK sind chemische Verbindungen mit zwei oder mehr ortho-kondensierten aromatischen Ringen wie Naphthalin. Sie entstehen durch unvollständige Verbrennung (Waldbrände, Verbrennungsmotoren) und in der Industrie. Sie sind gesundheitsgefährdend, umweltschädlich und krebserregend und können über Luft, Boden, Wasser und Nahrung in den menschlichen Körper gelangen. Daher ist die Reduktion dieser Stoffe und die Reinigung kontaminierter Standorte von größter Wichtigkeit.

ZIELSETZUNG

Ziel dieser Diplomarbeit soll die Probenahme und Analyse des PAK-Gehalts in Staubproben von 15 festgelegten Probenahmestellen in Graz sein. Vor den GC-MS-Analysen soll die Ionenquelle des Messgeräts gründlich gereinigt werden. Zusätzlich sollen eine Systemkalibration und die Analyse einer Referenzprobe mit bekannter Konzentration durchgeführt werden, um die Genauigkeit und Präzision der Messungen zu gewährleisten.

DURCHFÜHRUNG

In Zusammenarbeit mit dem Umweltamt der Stadt Graz werden an 15 festgelegten Probenahmestellen Straßenstaubproben genommen (siehe Abb. 1). Die Probenahme erfolgte an zwei Tagen Anfang März. Die Proben werden anschließend (siehe

Abb. 2) aufbereitet, extrahiert, zentrifugiert und mittels GC-MS im SIM-Modus quantifiziert und ausgewertet. Die Probenahmestellen werden entsprechend den in den Vorjahren festgelegten genauen Standorten gewählt.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Ergebnisse zeigen einen Rückgang des PAK-Gehalts im Straßenstaub im Vergleich zu den Vorjahren. Die niedrigen Werte werden den regnerischen Bedingungen in den Tagen vor der Probenahme zugeschrieben. Eine Ausnahme bildet die Probenahmestelle am Tiergartenweg 10, die, wie bereits in früheren Messserien festgestellt, nach wie vor hohe PAK-Gehalte aufweist. Auch in den kommenden Jahren sollte besonderes Augenmerk auf die Reproduzierbarkeit der Probenahme gelegt werden. Zudem müssen bei den Messungen mit dem GC-MS hohe Anforderungen an die Reinheit im Labor und die Arbeitsumgebung eingehalten werden.



Abb. 2: Probenaufbereitung



Vergleich von HPLC-Methoden zur Prüfung von Arzneimitteln

von Hatzel Fiora

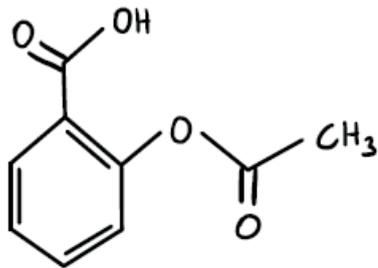


Abb. 1: Strukturformel des Wirkstoffs ASS

EINLEITUNG

Das Pharmaunternehmen G.L. Pharma GmbH analysiert in der Endproduktkontrolle fertige Arzneimittel unter anderem mittels Hochleistungschromatografie (HPLC), bevor sie zum Verkauf freigegeben werden. Dies erfolgt bei einem Arzneimittel mit dem Wirkstoff Acetylsalicylsäure (ASS) mit älteren HPLC-Modellen, die vom Hersteller in Zukunft nur mehr eingeschränkt gewartet und unterstützt werden (Abb. 2).

ZIELSETZUNG

Das Ziel dieser Diplomarbeit ist die Prüfung und eventuelle Vorbereitung des Methodentransfers vom älteren auf das neuere HPLC-Modell. Dies soll anhand der Bestimmung des Gehalts an ASS (Abb. 1) und verwandter Substanzen durchgeführt werden. Zusätzlich soll die Stabilität der eingesetzten Referenz- und Probelösungen geprüft werden. Dafür soll der Thermostat im Autosampler des neuen HPLC-Modells verwendet werden, um konstante Temperaturen zu ermöglichen.

DURCHFÜHRUNG

Die Analysen zur Bestimmung des Gehalts an ASS und verwandter Substanzen werden laut der vorgegebenen Prüfvorschrift

für das gewählte Arzneimittel durchgeführt. Zur Prüfung der Stabilität werden die Lösungen kühl gelagert. Zusätzlich wird der Thermostat im Autosampler auf niedrige Temperaturen gestellt, um die Kinetik der chemischen Reaktionen zu verlangsamen.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Ergebnisse zeigen, dass ein Transfer vom älteren auf das neuere HPLC-Modell möglich ist und durchgeführt werden kann. Abweichungen in Parametern wie der Retentionszeit und der Peakfläche sind akzeptabel, da diese geräte- und säulenspezifisch sind. Anhand der Stabilitätsprüfung kann festgestellt werden, dass bei niedrigen Temperaturen im Autosampler die Referenz- und Probelösungen einige Tage stabil sind. Dies ermöglicht in Zukunft eine Wiederholung der Analyse, ohne eine neuerliche Probenvorbereitung durchführen zu müssen. Weiters können nun auch noch andere qualitätsrelevante Parameter betrachtet werden und deren Transferierbarkeit geprüft werden.



Abb. 2: Autosampler des älteren HPLC-Modells ohne Thermostat



Messung von freiem Chlor in Industrieabluft

von Kern Martin



Abb. 1: Messstelle am Kamin

EINLEITUNG

Chlorgas kommt in gewissen Prozessschritten der Halbleiterindustrie zum Einsatz. Das Chlorgas hat bereits in geringen Konzentrationen gesundheitliche Auswirkungen in höheren Konzentrationen hat es auf den Menschen eine tödliche Wirkung. Verdeutlicht wurde das in tragischem Ausmaß im 1. Weltkrieg. Die Folgen von Chlorgas für die Umwelt sind schwerwiegend, zerstört es doch die so wichtige Ozonschicht.

ZIELSETZUNG

Das Ziel dieser Arbeit besteht darin die Menge an freiem Chlor in der Abluft zu bestimmen.

Hierfür wurde in der Vergangenheit oftmals die Gastec Prüfröhrchen-Methode angewandt. Zur Überprüfung bzw. genaueren Bestimmung der freien Chlorkonzentration soll nun das Methylorange-Verfahren etabliert werden. Abschließend sollen die

Messergebnisse der beiden Verfahren gegenübergestellt und verglichen werden.

DURCHFÜHRUNG

Das Messprinzip beruht auf der nasschemischen Messung von Chlorgas. Als Probenvorbereitung wird eine Iodometrische Titration durchgeführt und eine Kalibriergerade erstellt. Für die Kalibriergerade ist eine Verdünnungsreihe, bestehend aus 5 Verdünnungen herzustellen. Bei der Probenahme wird mithilfe einer Membrangaspumpe das Abgas durch eine Absorptionslösung geleitet (siehe Abb. 1 und Abb. 2). Die Anwesenheit von freiem Chlor ist durch Abnahme der Farbintensität der Lösung sichtbar, welche durch die Extinktionsabnahme, gemessen am Fotometer, bestimmt wird.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Das Methylorange Verfahren liefert zuverlässigere Ergebnisse und kann somit in der Firma RM Umweltkonsultanten GmbH etabliert werden. Der Vergleich der Messergebnisse der beiden Messverfahren zeigt, dass die Gastec Prüfröhrchen-Methode im Vergleich zum Methylorange-Verfahren signifikant höhere Messwerte liefert. Die Gastec Prüfröhrchen-Methode kann daher lediglich als grobe Einschätzung des freien Chlorgehalts genutzt werden, während mit dem Methylorange Verfahren die genaue Konzentration bestimmt werden kann.

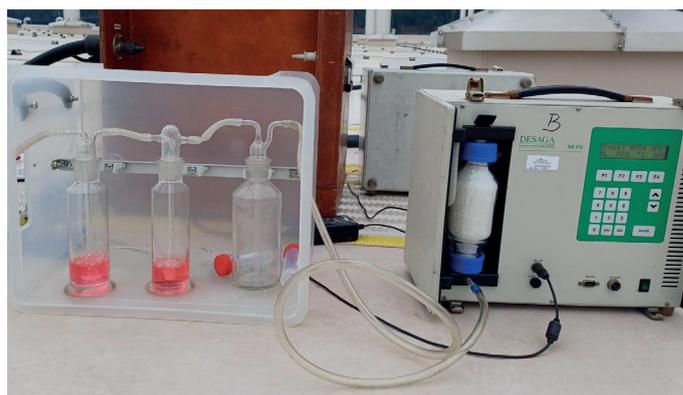


Abb. 2: Messaufbau Methylorange-Verfahren



Untersuchung von Laufmitteln verschiedener Hersteller auf die Qualität von Chromatogrammen in der HPLC

von Kiegerl Flora

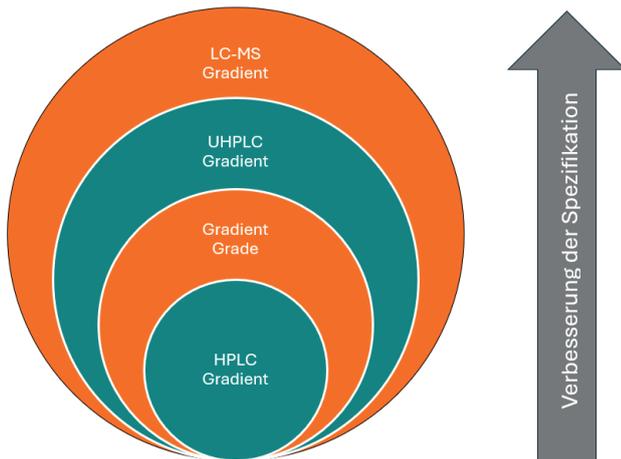


Abb. 1: HPLC

EINLEITUNG

Laufmittel, auch als mobile Phase oder Lösungsmittel bezeichnet, sind entscheidend für die Trennung, Identifizierung und Quantifizierung der Analyten in der Hochleistungsflüssigkeitsschromatographie (HPLC). Die Wahl des Laufmittels beeinflusst die Retentionszeiten, die Auflösung und die Trennleistung. Reinheit und physikalische Eigenschaften der Laufmittel sind wichtig, um Störungen im Chromatogramm zu vermeiden. Je nach Analyse-Verfahren gibt es, wie in Abb. 1 ersichtlich, unterschiedliche Bezeichnungen der Reinheit, welche von den Herstellern selbst benannt werden.

ZIELSETZUNG

Das Ziel dieser Arbeit soll es sein, die Qualität der Chromatogramme der Laufmittel Methanol (MeOH) und Acetonitril (ACN) zweier Hersteller zu vergleichen. Dazu werden beide Laufmittel

mit bekannten Substanzmischungen in der HPLC getestet und die Retentionszeit, Retentionsfaktor, Selektivität, Effizienz, Auflösung und Peakform gegenübergestellt.

DURCHFÜHRUNG

Es werden zwei unterschiedliche Substanzmischungen mit definierter Konzentration hergestellt. Anschließend erfolgt die Optimierung der Methoden der jeweiligen Substanzmischung mit dem Laufmittel ACN und danach mit MeOH. Jede Substanzmischung wird mit dem ACN, sowie MeOH beider Firmen analysiert und die Chromatogramme verglichen. In Abb. 2 sieht man ein Chromatogramm mit dem Laufmittel des günstigeren Herstellers.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Untersuchung zeigt keine wesentlichen Unterschiede der Lösungsmittel beider Hersteller. Für HPLC-Analysen sind die teureren sowie die günstigeren Lösungsmittel gleichermaßen einsetzbar. Jedoch ist das nicht standardisierte Schraubgewinde der Flaschen der teureren Marke unpraktisch und kontaminationsanfällig. Der Einsatz einer UHPLC zur weiteren Qualitätskontrolle und eine erneute Anwendung der Methoden durch eine zweite Person werden empfohlen.

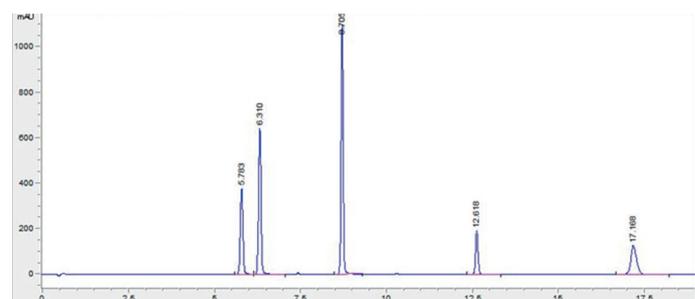


Abb. 2: Aromaten Chromatogramm mit Methanol



Wachstumsverhalten von Mikroorganismen in flüssigen Arzneimitteln

von Knaus Uwe

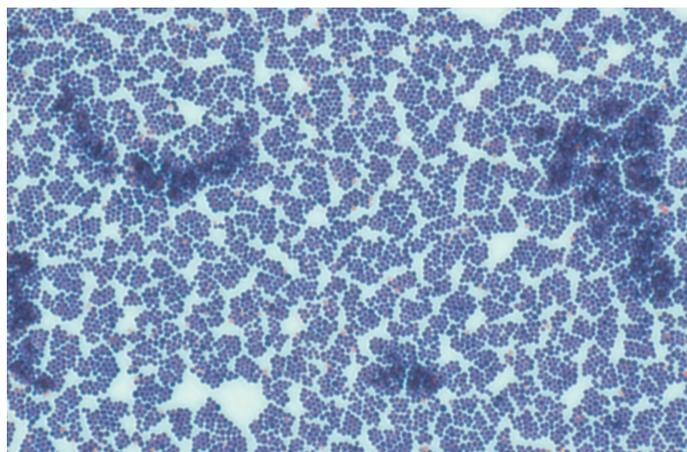


Abb. 1: Staphylococcus aureus mikroskopisch

EINLEITUNG

Validierungen der Arzneimittelproduktion sind notwendig, um die Produktion qualitativ hochwertiger Arzneimittel sicherzustellen. Standzeiten vor Sterilisationsschritten in der Produktion müssen validiert werden, da bei Keimkontamination trotz Sterilisation Stoffwechselprodukte verbleiben können.

ZIELSETZUNG

Empfehlungen bezüglich der max. Standzeiten von unfiltrierten Bulk-Lösungen sollen definiert und Erfahrungswerte zum Keimwachstumsverhalten in den Produkten gesammelt werden.

DURCHFÜHRUNG

Die Validierung wird mit 5 ATCC- und den 3 aktuellen Haus-Keimen durchgeführt. Das Produkt (= Probe) und NaCl-Pepton-Puffer (= Positivkontrolle) wird in sterile Gebinde portioniert und je ein Gebinde der Probe und Positivkontrolle pro Keim mit max. 100 KBE (Koloniebildende Einheit) beimpft. Probe und Positivkontrolle werden bei 20-25°C für 12 Stunden

bebrütet. Die Ausgangskeimzahl (= Referenz) wird durch das Beimpfen von NaCl-Pepton-Puffer mit der gleichen Höhe an KBE und anschließender Membranfiltration bestimmt. Nach der Stehzeit werden Probe und Positivkontrolle ebenfalls mittels Membranfiltration geprüft. Die Filter werden auf Trypcase Soja Agar Platten übertragen und mind. 5 Tage bei 30-35 °C inkubiert. Bei der Auswertung wird die Wiederfindung der Keimzahl der Probe zur Referenz berechnet. Das Akzeptanzkriterium ist eine Wiederfindung von max. 200 %. Um den Produkteinfluss auf das Wachstumsverhalten zu beurteilen, muss auch das Ergebnis der Positivkontrolle beachtet werden.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Es ist keine klare Aussage über das Keimwachstumsverhalten in den geprüften Arzneimitteln möglich. Die Ergebnisse zeigen, dass das Keimwachstum signifikant fluktuiert. Diese Tatsache muss in die Interpretation mit einbezogen werden, da Akzeptanzkriterien überschritten werden könnten (Abb. 2). Mehrerer Prüfungen pro Produkt sind notwendig, um einen Trend des Wachstums festzustellen und valide Aussagen zu treffen.

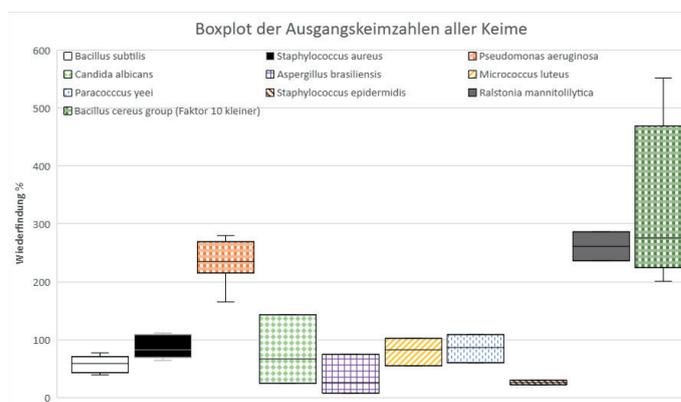


Abb. 2: Boxplot Wiederfindung der Positivkontrolle



Steigerung der Leistungsfähigkeit von Li-Ionen Batterien

von Koffi Jean-Claude

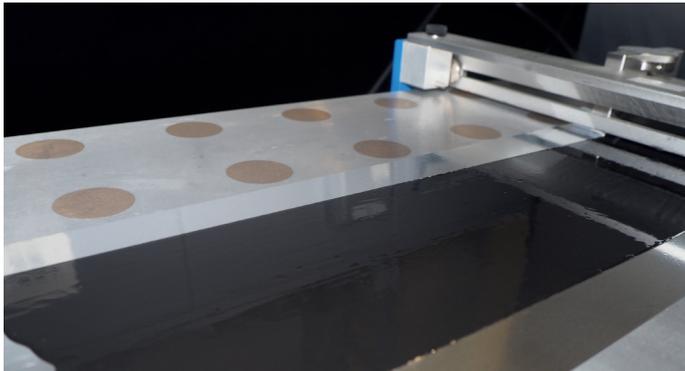


Abb. 1: Beschichtung mit der Labor-Dünnschicht-Rake

EINLEITUNG

Ein Leben ohne Batterien ist schwer vorstellbar, da sie für Smartphones und tragbare Geräte unverzichtbar sind. Auch die Entwicklung der Elektromobilität ist ohne Akkumulatoren mit hoher Speicherkapazität nicht möglich. Lithium-Ionen-Batterien (LIB) sind in Elektrofahrzeugen und Stromspeichersystemen weit verbreitet, weisen jedoch Nachteile wie geringe thermische Stabilität und hohe Kosten auf, die optimiert werden müssen. Eine kostengünstige, sicherere und umweltfreundliche Alternative stellt die Verwendung von Lithiumeisenphosphat (LFP)-Materialien dar.

ZIELSETZUNG

Diese Diplomarbeit beschäftigt sich mit der Prozessierung und Charakterisierung von Kathodenmaterialien: LFP und LMFP. Die Elektroden sollen hergestellt werden und mittels analytischer Untersuchungen (Oberflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskopie) bewertet werden. Weiters sollen die Elektroden in Zellen verbaut und die Leistungsfähigkeit der Elektroden charakterisiert werden, welche durch die Zugabe von CNTs (Carbon-Nanotubes) verbessert werden kann.

DURCHFÜHRUNG

Der Herstellungsprozess der LFP- und LMFP-Kathode umfasst die Mischung der Elektrodenpaste, den anschließenden Beschichtungsprozess (Abb. 1) mit Hilfe der Labor-Dünnschicht-Rake sowie die Verdichtung mittels Kalanders (Abb. 2). Nach der Fertigung werden die Elektroden zu Zellen assembliert, mit Elektrolyt befüllt und elektrochemischen Tests unterzogen. Dabei werden die Zellen mehrmals geladen und entladen, um ihre Leistungsdaten zu ermitteln.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Es werden intakte und rissfreie Kathodenmaterialien hergestellt, was durch Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen bestätigt wird. Die elektrochemischen Untersuchungen zeigen, dass die Integration von CNTs in der LFP/LMFP Elektrode die Leistungsfähigkeit verbessern kann. Weitere Forschungen sind notwendig um diese sichereren und umweltfreundlichen Materialien in Zukunft für Akkumulatoren einsetzen zu können.

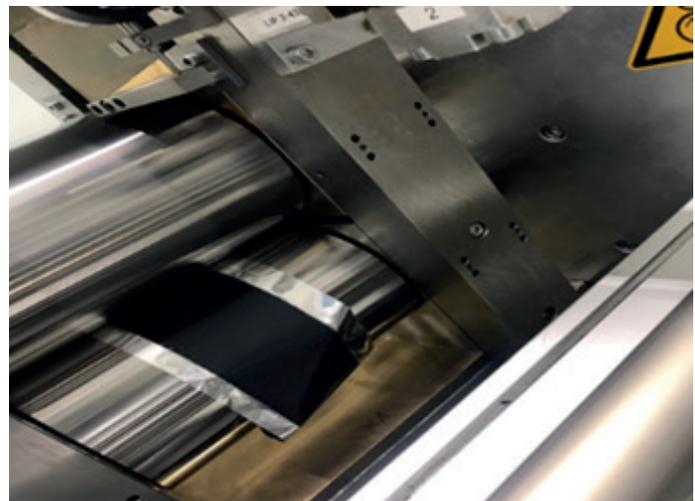


Abb. 2: Das Verdichten der Kathode mittels Kalanders



VARTA Innovation GmbH

Dr.ⁱⁿ Isabel Hanghofer
Susanne Kerschberger



Charakterisierung des Beizverhaltens von niedriglegierten Stählen

von Loder Michaela

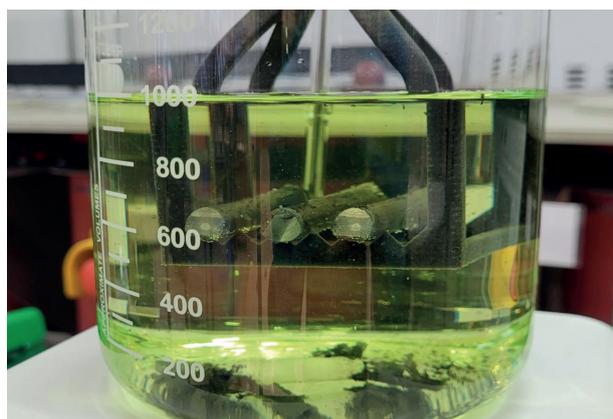


Abb. 1: Walzdrahtproben in der Beizlösung

EINLEITUNG

Bei der voestalpine am Standort Leoben-Donawitz wird Stahl seit jeher über die sogenannte Hochofenroute hergestellt. Für die Dekarbonisierung der Stahlproduktion wurde das Konzernprogramm greentec steel aufgesetzt, in dem unter anderem die bestehenden Hochofen durch grünstrombetriebene Elektrolichtbogenöfen (EAF) abgelöst werden. Im Gegensatz zu den erzverarbeitenden Hochofen kommt bei den Lichtbogenöfen primär Schrott als Rohstoff zur Anwendung. Dieser enthält oftmals Legierungselemente, welche potenziell die Eigenschaften von Stahlprodukten und deren Verarbeitung, etwa durch Beizen, beeinflussen.

ZIELSETZUNG

Im Rahmen dieser Arbeit soll zuerst eine Methodenoptimierung und eine Wiederholbarkeitsmessung erfolgen. Danach soll das Beizverhalten von Referenzgütern aus der Hochofenroute mit dem von Gütern aus der künftigen EAF-Route verglichen werden. Dabei soll eine auf Salzsäure basierende Beizlösung verwendet werden (siehe Abb. 1).

DURCHFÜHRUNG

Die Versuche werden mit einer von Mitarbeitern der voestalpine entwickelten Beizwaage durchgeführt. Auf dieser soll der Zunderabtrag jeder Güte in einer Fünffachbestimmung in Abhängigkeit von der Zeit aufgenommen werden. Aus den Beizkurven (siehe Abb. 2) werden über den spezifischen Zunderabtrag die jeweils idealen Beizzeiten ermittelt. Diese werden zusammen mit der gemessenen Zunderauflage und Zunderschichtdicke ausgewertet.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Versuchsergebnisse zeigen, dass nur aus dem Schrotanteil kein Einfluss auf die Beizzeit abgeleitet werden kann. Diese wird maßgeblich vom Drahtdurchmesser sowie den enthaltenen Legierungselementen bestimmt. Da letztere durch ihr Zusammenspiel auch die Beizzeit beeinflussen können, müssen für allgemein gültige Aussagen weitere Versuche mit einzeln variierten Legierungselementen innerhalb einer Güte durchgeführt werden. Die Erkenntnisse sind anschließend für unterschiedliche Drahtdurchmesser zu verifizieren.

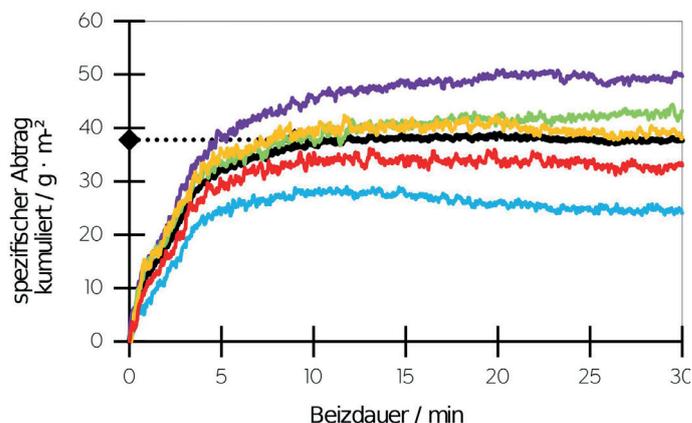


Abb. 2: Beizkurven der Fünffachbestimmung einer Walzdrahtgüte

voestalpine

ONE STEP AHEAD.

voestalpine Wire Rod GmbH

Dr.Dr. Robert Breyner

Dr. Anton Trautmann



Einfluss von Restfeuchtigkeit auf die Zellperformance von Lithium-Ionen-Batterien

von Mkrtychian Ani

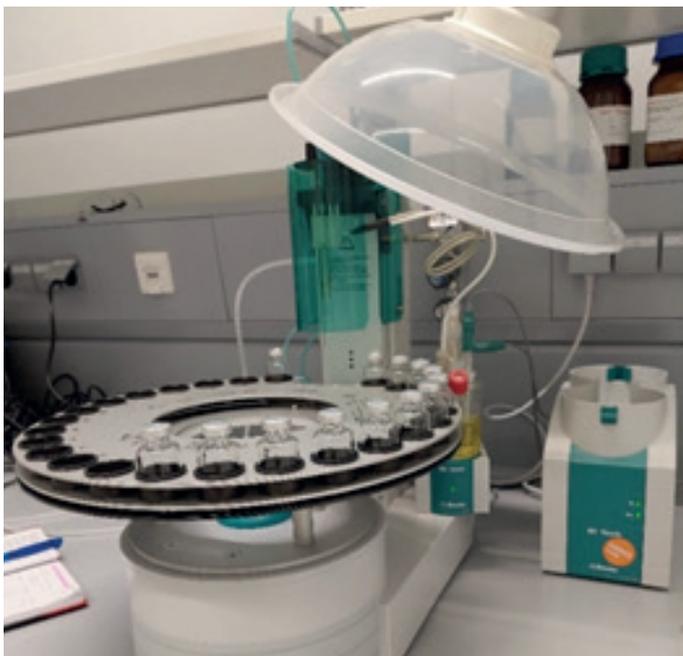


Abb. 1: Karl-Fischer-Titrations-Gerät

EINLEITUNG

Lithium-Ionen-Batterien (LIB) sind heute eine Schlüsseltechnologie im Energiespeicherbereich und haben eine transformative Wirkung auf verschiedene Industriezweige. Seit ihrer kommerziellen Einführung in den frühen 1990er Jahren haben sie die Art und Weise, wie wir Energie speichern und nutzen, grundlegend verändert. Ein entscheidender Faktor für die Leistungsfähigkeit von LIB ist die Restfeuchtigkeit in den Elektrodenmaterialien. Selbst geringe Mengen können chemische Reaktionen in der Batteriezelle auslösen, welche die elektrochemische Stabilität und Effizienz stark beeinträchtigen können.

ZIELSETZUNG

Der Einfluss von Restfeuchtigkeit auf die elektrochemische Zellperformance soll untersucht werden. Auch eine Oberflächenanalyse der trockenen und befeuchteten Elektroden soll

im zyklisierten und nicht zyklisierten Zustand mittels Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt werden.

DURCHFÜHRUNG

Die zu untersuchenden Aktivmaterialien, Slurries und Elektroden werden in einem eigens erstellten Versuchsaufbau befeuchtet. Zur quantitativen Bestimmung der Feuchtigkeit kommt die coulometrische Karl-Fischer-Titration (Abb. 1) zum Einsatz. Für weitere elektrochemische Charakterisierungen werden Zellen in zwei unterschiedlichen Bauformen zusammengestellt: Die Pouch- und die Swagelok-Zelle (Abb. 2).

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Es kann gezeigt werden, dass die untersuchten Batteriematerialien bereits nach kurzer Zeit dazu neigen Feuchtigkeit aufzunehmen. Der Gehalt steigert sich über die Dauer, in welcher die Proben den Feuchtigkeits- und Alterungsbedingungen ausgesetzt sind. In den elektrochemischen Experimenten wird jedoch kein gravierender Unterschied in der Performance nachgewiesen. Langzeituntersuchungen sind erforderlich, um die Auswirkung der Feuchtigkeit auf die Zelllebensdauer zu untersuchen und ein weiteres Verständnis der komplexen Wechselwirkungen zwischen Feuchtigkeit und elektrochemischer Reaktion in den Batteriezellen zu entwickeln.



Abb. 2: Swagelok-Zelle



Enzymatische Sulfit Bestimmung in Saccharose

von Nikolić Blaženka



Abb. 1: UV/VIS Zweistrahlenspektrophotometer

EINLEITUNG

Saccharose wird in der pharmazeutischen Produktion häufig als Matrix für verschiedene Arzneimittel verwendet. Sie dient als wichtiger Stabilisator und als Konservierungsmittel. Eine genaue Bestimmung von Verunreinigungen in Saccharose ist erforderlich, um die Sicherheit und Qualität pharmazeutischer Formulierungen zu gewährleisten. Sulfit sind dabei als eine der häufigsten Verunreinigungen anzusehen. Natriumsulfit, welches als Standard für die Messung eingesetzt wird, ist feuchtigkeitsempfindlich und neigt zur Oxidation, was die Stabilität der wässrigen Lösungen beeinträchtigt. Daher wird in der Routine die Vorgabe der Wiederfindung von Sulfit häufig nicht erfüllt, was zu einem Effizienzverlust führt, da Messwiederholungen nötig sind.

ZIELSETZUNG

Es soll eine Durchführungsbeschreibung für die enzymatische Sulfit Bestimmung in Saccharose erarbeitet, die Wiederfindung von Sulfit belegt und die Robustheit der Methode bestimmt werden. Dabei dürfen die Vorgaben des europäischen Arzneibuchs nicht geändert werden.

DURCHFÜHRUNG

Mit einem UV/VIS-Zweistrahlenspektrophotometer (Abb. 1) werden bestimmte Prüfverfahren durchgeführt, um die Eignung dieser Methode für die Sulfit Bestimmung in Saccharose zu untersuchen. Die Analysenprobe wird mit dem Enzym, dem Coenzym sowie einer Puffersubstanz versetzt (Abb. 2). Das umgesetzte Coenzym, dessen Konzentration sich proportional zur Menge des Analyten ändert, wird gemessen.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Die Verlängerung der Stehzeit der Arbeitslösung sowie eine verkürzte Probenvorbereitung lösen das Problem erfolgreich. Bei der Verifizierung der erarbeiteten Vorgehensweise liegen sowohl die Wiederfindungsrate als auch die Extinktion der Probe innerhalb der Toleranzgrenzen. Dadurch werden zuverlässige Messergebnisse erreicht und zeitaufwendige Messwiederholungen vermieden. Die Methode wird jetzt so im Labor verwendet und bedarf keiner weiteren Optimierungen.



Abb. 2: Vorbereitung der Küvetten für die Messung



Untersuchung der Härtung von Epoxidharzsystemen

von Pompenig Laureen

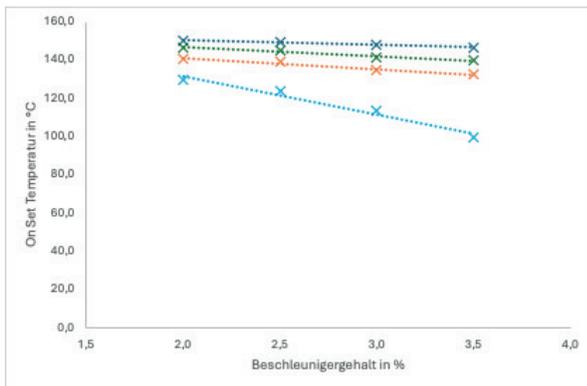


Abb. 1: Veränderung der Onset-Temperatur bei unterschiedlichen Beschleunigerarten und -mengen

EINLEITUNG

Bei der Herstellung von Hochspannungsisolationsmaterialien spielen Epoxidharzsysteme eine wichtige Rolle. Aufgrund ihrer ausgezeichneten elektrischen Eigenschaften werden sie als Imprägnier- und Bindemittel für Isolationsmaterialien basierend auf Glimmer und Glasgeweben eingesetzt, indem unvernetzte Epoxidharze gemeinsam mit Beschleunigern in das Trägermaterial eingebracht und danach bei der Herstellung der Hochspannungsisolierung zu einem hohlraumfreien Verbund ausgehärtet werden.

ZIELSETZUNG

Es soll der Einfluss von verschiedenen Beschleunigertypen auf die Härtung eines Bisphenol-A-Epoxidharzes und eines Epoxy-Novolaks, sowie die Charakterisierung der chemischen, physikalischen und mechanischen Eigenschaften der daraus hergestellten Harzmischungen und Isolationsmuster untersucht werden.

DURCHFÜHRUNG

In der praktischen Arbeit werden von den Harz-Beschleuniger-Systemen Viskosität, Gelierzeit und die Härtungskinetik gemessen. Im zweiten Schritt werden Labormuster mit beiden Harzen mit unterschiedlichen Beschleunigern hergestellt und die Biegesteifigkeit und der Volatilgehalt dieser bestimmt. Zuletzt findet von ausgewählten Harzproben und Labormustern eine Verlustfaktormessung durch die Anwendungstechnik statt.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

In der Arbeit wird systematisch der Unterschied von zwei Harzsystemen bezüglich ihrer relevanten Eigenschaften für Glimmerbänder herausgearbeitet. Es wird gezeigt, dass der Einfluss der Beschleunigerkonzentration auf die Härtung stark von der Art des Beschleunigers abhängt (Abb. 1). Zusätzlich zeigt sich, dass auch die Änderung des Verlustfaktors während der Härtung maßgeblich durch die Beschleunigertypen beeinflusst wird (Abb. 2). Basierend auf den Ergebnissen, können nun neue maßgeschneiderte Epoxidharzsysteme hinsichtlich Härtungsverhalten und Verlustfaktor entwickelt werden.

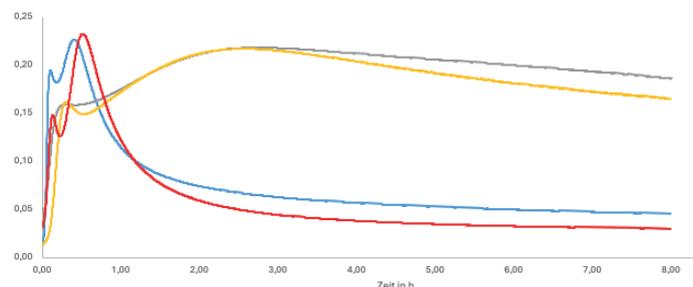


Abb. 2: Verlustfaktoränderung über die Zeit von Handmustern bei 155 °C



Inputmonitoring von Abwässern in einer CP-Anlage

von Schmidt Isabel

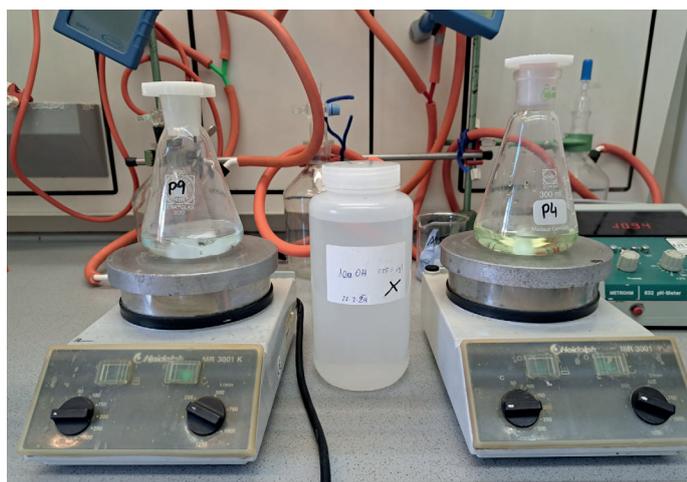


Abb. 1: Probenvorbereitung - Einstellung auf pH 9

EINLEITUNG

Die Saubermacher Dienstleistungs AG legt großen Wert auf umweltfreundliche Kreislaufwirtschaft und sucht nach innovativen technischen Lösungen, um organische Komplexbildner, die Schwermetalle in wässrigen Abfällen binden und so in den natürlichen Wasserkreislauf gelangen lassen, zu erkennen.

ZIELSETZUNG

Die Arbeit untersucht die Eignung von Küvettentests zur Erkennung organischer Komplexbildner und Eisen in wässrigen Abfällen. Dazu soll eine hydroxidische Fällung der Abwasserproben bei pH 9 mit anschließender Neutralisation vorgenommen werden (Abbildung 1). Die verbliebenen Schwermetalle sollen mittels MP-AES quantifiziert werden. Eine qualitative Analyse einer ausgewählten Probe, die einen persistenten Niederschlag zeigt, soll mittels AT-IR-Spektrometer erfolgen.

DURCHFÜHRUNG

Verdünnte, bei pH 9 hydroxidisch gefällte und danach neutralisierte Abwasserproben werden auf Schwermetalle mittels MP-AES (Abbildung 2) und auf Eisen und organische Komplexbildner mittels Küvettentests analysiert. Eine Probe mit persistentem Niederschlag wird nach einer Filtration mittels AT-IR-Spektroskopie untersucht.

ERGEBNIS & AUSBLICK

Die Schwermetallfällung erreicht eine durchschnittliche Reduktion von 92 %, was für eine hohe Effizienz spricht. Die Eisen-Küvettentests zeigen akzeptable Wiederfindungsraten und können weiterhin eingesetzt werden. Die IR-Spektroskopie identifiziert Fettalkoholpolyglycoether in der ausgewählten Probe, der aber dem Niederschlag nicht eindeutig zuzuordnen ist, was weitere Untersuchungen erforderlich macht. Die Küvettentests für organische Komplexbildner zeigen keine zuverlässige Farbreaktion und weisen niedrige EDTA-Wiederfindungsraten auf, was diese für komplexe Abwässer ungeeignet macht. Die Suche nach verlässlichen Schnellmethoden zur Erkennung von organischen Komplexbildnern in Abwässern muss weiterverfolgt werden.

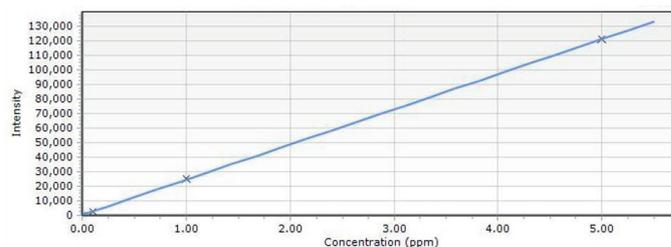


Abb. 2: Kalibriergerade einer MP-AES Schwermetallbestimmung



Saubermacher Dienstleistungs AG

DIⁱⁿ Sabine Tanzer
Matti Schmidt



Härter für Lacksysteme auf wässriger Basis

von Stetschnig Barbara

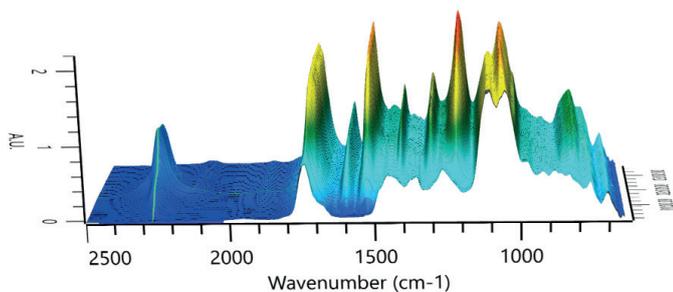


Abb. 1: Verlauf der Reaktion anhand des IR-Spektrum

EINLEITUNG

Umweltschutz und Nachhaltigkeit gewinnen in allen Bereichen. Die kathodische Tauchlackierung (KTL) hat sich für die Autoserienlackierung und Einschicht-Decklackierungen durchgesetzt. Die Firma Allnex Austria GmbH stellt für genau diese Zwecke 2-Komponenten-Lacksysteme her. Die Firma forscht an wasserlöslichen Härtern, um das Lagern bei Raumtemperatur zu ermöglichen, im Gegensatz zu den konventionellen Härtern, welche aufgrund ihrer hohen Viskosität bei 70-80 °C gelagert werden müssen, was einen erheblichen Energieverbrauch zur Folge hat.

ZIELSETZUNG

Im Zuge dieser Arbeit soll der Einfluss verschiedener Säuren auf das Verhalten und die Lagerstabilität der Härter-Dispersionen untersucht werden. Weiters sollen mit Hilfe der synthetisierten Härter Lacke hergestellt und Bleche beschichtet werden, um die entstehenden Lackschichten zu testen. Zusätzlich sollen Härter-Synthesen mit Hilfe einer IR-Sonde durchgeführt werden, wodurch Informationen über den Verlauf der Reaktion gewonnen werden sollen.

DURCHFÜHRUNG

Zuerst werden Härter mit unterschiedlichen Säuren synthetisiert (Abb. 1). Anschließend werden die Härter abgefüllt, gelagert und Härter-Kennzahlen wie die Viskosität, die Teilchengröße

und der Säuregehalt über die Zeit kontrolliert, um die Stabilität der Härter-Dispersionen zu überprüfen. Aus einem Teil der synthetisierten Härter werden Lacke hergestellt und Bleche mit kathodischer Tauchlackierung im Labormaßstab beschichtet. Diese Bleche werden unterschiedlichen Belastungsprüfungen unterzogen. Für die Härter-Synthesen mithilfe einer IR-Sonde wurde die Prozessführung leicht abgeändert und der Reaktionsverlauf anhand eines IR-Spektrums verfolgt und aufgezeichnet (Abb. 2).

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Aus den Ergebnissen der Lagerstabilität und den Blech-Prüfungen können eindeutige Schlüsse über die Eignung der verschiedenen Säuren gezogen werden. Die Härter-Synthesen mit Hilfe einer IR-Sonde tragen zu einer Verbesserung der Prozessführung bei. Um das System zu optimieren müssen jedoch noch weitere Untersuchungen durchgeführt werden.

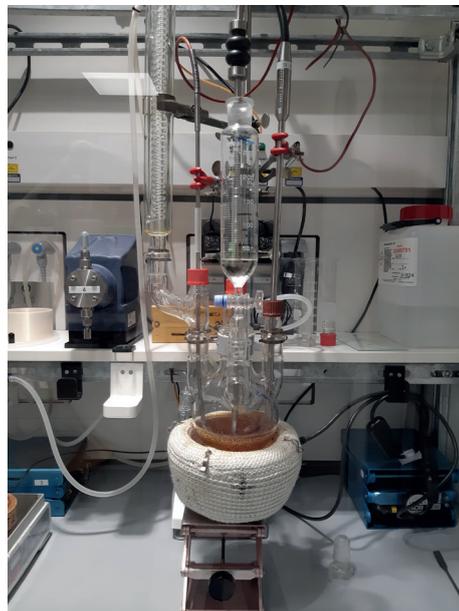


Abb. 2: Härter-Synthese



Charakterisierung von Vorwärtsosmose-Membranen

von Wagner-Hackl Florian

Durchschnittlicher Flux von 1 osmol-L⁻¹ Zuglösungen mit TFC und CTA Membran- RL VE-Wasser

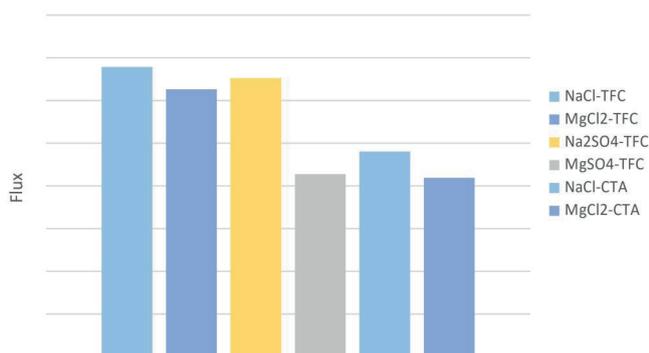


Abb. 1: Der durchschnittliche Flux von verschiedenen anorganischen Zuglösungen

EINLEITUNG

Abwasserreinigung von potenziell umweltschädlichen Abwässern ist für den Umweltschutz von großer Bedeutung. Vorwärtsosmose ist eine neue, grüne Technologie, die sich das physikalische Phänomen der Osmose zunutze macht und selbst stark verschmutztes Abwasser reinigen kann. In diesem Verfahren wird der Wassertransport durch einen osmotischen Druckunterschied eingesetzt, um sauberes Wasser zu gewinnen. Eine sogenannte Zuglösung (ZL) mit einem hohen osmotischen Druck „zieht“ dabei das saubere Wasser aus der Rohlösung (RL) und wird dadurch verdünnt. Dabei können aber auch Stoffe wie Ammonium die Membran passieren und die Zuglösung verschmutzen.

ZIELSETZUNG

In dieser Arbeit sollen 2 Vorwärtsosmose-Membranen und 4 verschiedene Zuglösungen auf unterschiedliche Parameter getestet werden und es soll ein Verfahren für ammoniumreiche Abwässer entwickelt werden.

DURCHFÜHRUNG

Es wird eine Dünnschichtkomposit-Membran (TFC) an einer Laboranlage und eine Cellulosetriacetat-Membran (CTA) an einer Pilotanlage untersucht. Für die Messungen des Ammonium-Verlusts werden die Kunstproben mit NH₄Cl versetzt.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Den Ergebnissen zufolge ist der Wassertransport (Flux), sowie der Verlust von Ammonium aus der Rohlösung bei der TFC-Membran höher als bei der CTA-Membran. Abb. 1 zeigt den durchschnittlichen Flux von 4 verschiedenen anorganischen Salzen. Der Flux von NaCl, MgCl₂ und Na₂SO₄ ist höher als der von MgSO₄. Abb. 2 zeigt den durchschnittlichen Verlust von Ammonium bei Versuchen mit NaCl als Zuglösung. Die CTA-Membran lässt nur sehr wenig Ammonium passieren. Den Ergebnissen zufolge ist eine Kombination einer MgCl₂ Zuglösung und einer CTA-Membran optimal für ammoniumreiche Proben. In Folge sollen nun die Ergebnisse mit realen Proben, wie Deponiesickerwässern oder industriellen Abwässern, verifiziert werden.

Verlust von Ammonium aus der Rohlösung zwischen CTA und TFC Membran mit NaCl Zuglösung

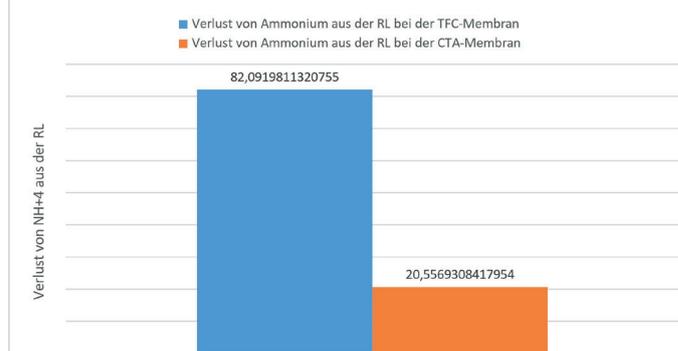


Abb. 2: Der durchschnittliche Verlust von Ammonium aus der RL



Lactose-Bestimmung mittels HPLC

von Wolf Janette



Abb. 1: HPLC-Gerät

EINLEITUNG

Der Milchzucker Lactose gehört als wichtiger Zweifachzucker zu den Kohlenhydraten, welche natürlich in vielen Lebensmitteln vorkommen. Zusätzlich wird Lactose in Produkten der Lebensmittel- und Pharmaindustrie aber auch als Produktionshilfsstoff eingesetzt. Ein Teil der Bevölkerung kann Lactose nicht vollständig verstoffwechseln (Lactoseunverträglichkeit); auch Allergene Wirkungen der Lactose sind bekannt. Daher wird die Herstellung von lactosefreien Produkten immer wichtiger. Viele Firmen produzieren lactosefreie Erzeugnisse parallel zu Produkten mit Lactose. Um die Abwesenheit von Lactose in

lactosefreien Produkten garantieren zu können, ist die Kenntnis von möglichen Kreuzkontaminationsrisiken im Zuge der Produktion von enormer Bedeutung.

ZIELSETZUNG

Mit dieser Arbeit soll eine robuste und selektive Methode zur Bestimmung von Lactose etabliert werden, welche so geringe Nachweisgrenzen hat, dass Kreuzkontaminationsstudien unter realen Produktionsbedingungen ermöglicht werden. Nach einer ausführlichen Literaturrecherche wird die HPLC mit Fluoreszenzdetektion nach Vorsäulenderivatisierung (VSD) als Methode ausgewählt.

DURCHFÜHRUNG

Zunächst werden verschiedene Derivatisierungsreagenzien und Reaktionsbedingungen auf Basis von Literaturangaben getestet. Mit Hilfe der ausgewählten Parameter ist es dann möglich, eine lineare Kalibrierung im Bereich zwischen 1 und 25 mg/L zu erhalten. Durchgeführte Wiederfindungsexperimente mit Swab-Proben bringen keine zufriedenstellenden Ergebnisse.

ERGEBNISSE & AUSBLICK

Weitere Untersuchungen sollen bisher unerkannte Einflüsse auf die VSD und die HPLC-Messung herausfinden. Durch die Neutralisierung dieser Einflüsse soll sich die Genauigkeit und Richtigkeit der Methode verbessern. Die Analyse von Blindlösungen könnte diesbezüglich ebenso wichtige Aufschlüsse bringen wie eine Evaluierung von Matrixeinflüssen (z.B. anderer Zucker wie Glucose). Dies soll Gegenstand zukünftiger Arbeiten sein.

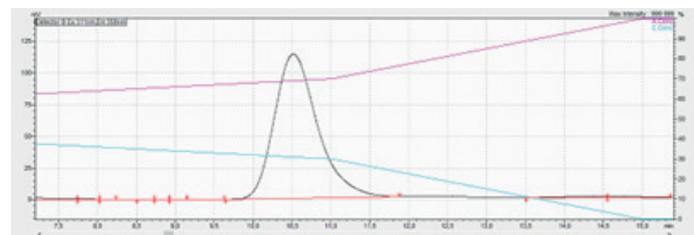


Abb. 2: Lactosepeak im Chromatogram

**HERMES
PHARMA**

Get the dose right®

HERMES PHARMA GmbH

Dr. Gottfried Kölbl
Georg Pichler, BSc



CHEMIE
AKADEMIE

Hier bist du in deinem Element!

KOLLEG FÜR CHEMIE



Moderne und
praxisorientierte
Chemie-Ausbildung

- Voraussetzung:
Matura oder Berufsreifeprüfung
- 2 Jahre Ausbildung mit Diplom
- Schneller Einstieg in viele Bereiche
der Industrie und Wirtschaft
- Ingenieurstitel nach 3 Jahren
Berufserfahrung

Mittel im
Blick auf
Reagentien
in die Hand!



Hochschule
Stuttgart



CHEMIE AKADEMIE AUF EINEN BLICK



4 Semester, Vollzeitausbildung



4 Semester, berufsbegleitend



diverse Kurse und Lehrgänge,
Spezialkurse für Firmen