

## LEHRSTUHL FÜR CHEMISCHE VERFAHRENSTECHNIK

### Diplom- und Studienarbeiten

() Zu verschiedenen Gebieten werden ständig sowohl experimentell als auch theoretisch ausgerichtete Aufgabenstellungen zu verschiedenen modernen verfahrenstechnischen Problemstellungen angeboten.

Anfragen an: > Prof. Dr.-Ing. habil. Andreas Seidel-Morgenstern (<https://www.cvt.ovgu.de/seidelmorgenstern.html>)

- ▶ Stofftransport durch Membranen und ihr Einsatz in Membranreaktoren
- ▶ Experimentelle und theoretische Untersuchung der Gradientenchromatographie von Proteinen
- ▶ Messung von Adsorptionsisothermen gelöster Substanzen auf Chromatographieträgern mittels einer Perturbationsmethode
- ▶ Zur Enantiomerentrennung mittels chiraler Membranen
- ▶ Zum Einfluß der Reaktionskinetik auf das Betriebsverhalten eines chromatographischen Reaktors

Seit einigen Jahren ist sowohl in der Forschung als auch in der Industrie ein zunehmendes Interesse an sogenannten multifunktionalen Reaktoren zu beobachten. Darunter versteht man die Integration mehrerer Funktionen in einem Apparat. Von besonderem Interesse ist dabei die Kopplung von Reaktion und Stofftrennung. Insbesondere katalytische Membranreaktoren stellen eine attraktive Möglichkeit dar, den Ablauf einer chemischen Reaktion mit der Stofftrennung über eine Membran zu koppeln. Durch eine selektive Produktaussschleusung lassen sich, verglichen mit konventionellen Reaktoren, höhere Umsätze erzielen.

Im Rahmen einer theoretischen und experimentellen Untersuchung soll der Stofftransport von Wasserstoff und Sauerstoff durch verschiedene Membranen untersucht werden. Hierfür sollen Permeations-Experimente in einer vorhandenen Apparatur in Abhängigkeit des transmembranen Druckunterschiedes und der Temperatur durchgeführt werden. Anhand der experimentell ermittelten Daten sollen die Parameter von allgemeingültigen Stofftransportgleichungen bestimmt werden.

Die erzielten Ergebnisse sollen zur quantitativen Beschreibung des Verhaltens von Membranreaktoren, in den selektiv Produkte abgezogen bzw. Edukte dosiert werden, verwendet werden.

[nach oben](#)

Für die präparative Trennung von Proteinen eignen sich chromatographische Methoden. Für die Auftrennung komplexer Gemische ist zur Reduktion der Elutionszeiten in der Regel eine Variation der Lösungsmittelzusammensetzung erforderlich (Gradientenchromatographie). Dieses Verfahren wird bisher weitgehend empirisch ausgelegt.

Zielstellung der Diplomarbeit ist es zum einen für zwei ausgewählte Modellproteine experimentelle Untersuchungen zum Elutionsverhalten auf einem Ionenaustauschträger durchzuführen. In einem theoretischen Teil soll geprüft werden, inwieweit es möglich ist, die gemessenen Chromatogramme zu berechnen.

#### Teilaufgaben:

1. Zunächst soll eine Trennsäule (Ionenaustauscher SP-Sepharose HP) zum Studium der Nichtlinearität der Verteilungsgleichgewichte für verschiedene jeweils konstante Lösungsmittelzusammensetzungen (isokratisch) systematisch überladen werden.
2. Aus den Messungen sollen die Verteilungsgleichgewichte (Adsorptionsisothermen) für jede Lösungsmittelzusammensetzung bestimmt und mit einem Isothermenmodell ausgewertet werden. Die Chromatogramme sind unter Verwendung der ermittelten Isothermenparameter mit einem Zellenmodell zu simulieren. Die Ergebnisse sind mit experimentell zu bestimmenden Chromatogrammen zu vergleichen.

3. Anschließend soll eine Überladungsreihe unter Verwendung eines linearen Gradienten experimentell aufgenommen werden. Dabei soll der Gradient den Bereich der isokratisch untersuchten Lösungsmittelzusammensetzungen überstreichen.
4. Die gemessenen Chromatogramme sollen unter Berücksichtigung sich verändernder Verteilungsgleichgewichte berechnet werden. Dabei sind in geeigneter Weise die unter isokratischen Bedingungen ermittelten thermodynamischen Daten zu verwenden. Die Ergebnisse sind mit den Messungen zu vergleichen und das eingeschlagene Vorgehen ist verallgemeinernd zu bewerten.

*nach oben*

---

Aufgabe ist die Weiterentwicklung einer Methode zur Bestimmung von thermodynamischen Daten (Adsorptionsisothermen), die zur quantitativen Beschreibung eines chromatographischen Trennprozesses benötigt werden. Die Ergebnisse sollen zur rechnerischen Simulation des Trennprozesses mit Hilfe eines mathematischen Modells, sowie zur vergleichenden Bewertung verschiedener verfahrenstechnischer Konzepte der präparativen Chromatographie genutzt werden.

#### **Teilaufgaben:**

1. Die Perturbationsmethode ist eine elegante Methode zur Bestimmung von Adsorptionsisothermen für Einzelstoffe und Gemische. Das Prinzip basiert darauf, eine Chromatographiesäule stufenweise bei verschiedenen Konzentrationen einer Substanz oder eines Substanzgemisches in einen Gleichgewichtszustand zu bringen und dann diesen Zustand stören. Die Antwort des Systems auf diese Störung wird beobachtet und kann zur Berechnung der Adsorptionsisothermen genutzt werden. Die Methode und eine vorhandene Versuchsanordnung sollen anhand von Messungen mit einem Modellsubstanzgemisch optimiert werden.
2. Die experimentell ermittelten Adsorptionsisothermen sollen anschließend mit einer geeigneten thermodynamischen Modellgleichung beschrieben und in einem vorhandenen Simulationsprogramm zur Vorhersage chromatographischer Profile genutzt werden.

*nach oben*

---

Die effiziente Auftrennung von racemischen Mischungen in die einzelnen Enantiomere besitzt für die pharmazeutische Industrie und in der Biotechnologie eine wachsende Bedeutung. Auf Grund der Ähnlichkeit der zu trennenden Komponenten sind derartige Trennaufgaben nicht einfach. In den letzten Jahren wurden insbesondere chromatographische Trennverfahren unter Verwendung chiraler stationärer Phasen entwickelt und erfolgreich eingesetzt. Ein Nachteil dieser Verfahren ist ihr häufig diskontinuierlicher Charakter. Eine attraktive Möglichkeit für eine kontinuierliche Enantiomerentrennung eröffnen unter Umständen chirale Membranen. Gegenwärtig sind verschiedene Untersuchungen zur Entwicklung entsprechender Trennverfahren zu beobachten. Auf Grund der begrenzten Anzahl systematischer experimenteller Untersuchungen sowie fehlender theoretischer Konzepte zur Beschreibung der selektiv und unselektiv wirkenden Transportmechanismen ist der Entwicklungsstand von Membranverfahren jedoch als bescheiden einzuschätzen. Zielstellung der Diplomarbeit ist es deshalb, verschiedene Beiträge zur Entwicklung chiraler Membranen sowie zur Bewertung von Membranverfahren für die Enantiomerentrennung zu erarbeiten.

Für die Trennung einer racemischen Mischung der Mandelsäure sind folgende Untersuchungen durchzuführen:

1. In systematischen Vorversuchen ist zunächst die chromatographische Trennung unter Verwendung einer kommerziell erhältlichen Cyclodextrin-Phase zu analysieren. Aus den Versuchsergebnissen sollen neben den Standardparametern der analytischen Chromatographie als wesentliche Informationen die Adsorptionsisothermen für die beiden Enantiomere ermittelt werden.
2. Das in der chromatographischen Säule eingesetzte Material soll anschließend zwischen zwei porösen Trägermembranen als dünne Schicht eingebracht und durch Einbau in eine aufzubauende Diffusionszelle verpackt werden. Damit soll eine chirale Modellmembran zur Verfügung stehen, deren Potential zur Trennung der Enantiomere der Mandelsäure sowohl im diskontinuierlichen als auch im kontinuierlichen Betrieb getestet werden soll.
3. Neben dem Einsatz der zugänglichen Chromatographieteilchen sollen eigene Versuche zur Immobilisierung von  $\beta$ -Cyclodextrin durchgeführt werden. Falls geeignete Partikel hergestellt werden können, sollen auch diese hinsichtlich ihrer Trenneigenschaften bewertet werden.
4. Die bei der Enantiomerentrennung wirksam werdenden Stofftransportmechanismen sind theoretisch zu untersuchen.

Dabei ist insbesondere der selektiv wirkende Mechanismus der Oberflächendiffusion zu analysieren.. Die erhaltenen experimentellen Ergebnisse sollen in die Betrachtungen einbezogen werden.

*nach oben*

---

Multifunktionale Reaktoren stellen ein attraktives Konzept dar, um eine chemische Reaktion mit einem Stofftrennprozeß zu koppeln. Derartige Kopplungen können bei gleichgewichtslimitierten Reaktionen zu erhöhten Umsätzen führen und u.U. die Selektivität günstig beeinflussen. Trotz dieser Vorteile sind bislang nur wenige großtechnische Anwendungen dieses Konzeptes bekannt.

Am Lehrstuhl für Chemische Verfahrenstechnik wird derzeit die Kopplung einer Reaktion mit einem Adsorptionsprozeß untersucht. Neben der begrenzten Verfügbarkeit aufeinander abgestimmter Katalysatoren für die Reaktion und Adsorbentien für die Separation der Produkte besteht Forschungsbedarf bei der quantitativen Analyse der gleichzeitig ablaufenden Reaktions- und Adsorptionsschritte. Besonders der Einfluß der Reaktionskinetik auf das Verhalten chromatographischer Reaktoren ist derzeit nur unzureichend untersucht.

Im Rahmen der Diplomarbeit sollen experimentelle Untersuchungen für die Modellreaktion von Methylformiat und Wasser zu Ameisensäure und Methanol durchgeführt werden. Für diese Aufgabe stehen ein adiabater Batchreaktor und ein isotherm betriebbarer kontinuierlicher Rührkesselreaktor zur Verfügung. Zur Analytik ist ein Leitfähigkeitsdetektor für die Bestimmung der Ameisensäurekonzentration in der Lösung einzusetzen. Die Konzentrationen der anderen Komponenten sollen über stöchiometrische Bilanzen berechnet werden. Auf der Basis der experimentell ermittelten kinetischen Daten sind Modellvorstellungen zur Quantifizierung der Reaktionsgeschwindigkeiten zu entwickeln.

Im weiteren Verlauf der Arbeiten sollen Elutionsprofile mit einem mit dem Ionentauscher gefüllten Festbettreaktor ermittelt werden. Dazu steht eine HPLC-Anlage zur Verfügung. Zum Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen soll der chromatographische Reaktor mit einem im Arbeitskreis vorhandenen Zellenmodell simuliert werden. Dabei kann auf Literaturdaten zum Trennverhalten zurückgegriffen werden. Insbesondere sollen relative Einflüsse der homogen und heterogen katalysierten Reaktion sowie das Gesamtkonzept bewertet werden.

*nach oben*

---