

Raiffeisenstr. 16 63773 Goldbach
Tel&Fax: +49 6021 550101
Tel: +49 177 6877667
martin.hajduk.mh@gmail.com

18.10.2017

GDCH-PAT: Preis für bester Masterarbeit 2017

Kandidat: Lukas Wander (geb. 12.12.1991 Landau Pfalz)

Thema: Untersuchung modularer kontinuierlicher Prozesse mittels Online-NMR-Spektroskopie

Universität: Humboldt-Universität zu Berlin Institut für Chemie

Erstgutachter: Prof. Dr. Janina Kneipp

Zweitgutachter: Dr. habil. Michael Maiwald (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM))

Zusammenfassung:

Bedingt durch die Baugröße, den Betrieb ohne besonderer Kühlmedien und den niedrigen Investitionskosten hat die Niederfeld-NMR-Spektroskopie ein bedeutendes Potential für den Einsatz als Online-Analysesystem zum Überwachen von chemischen Prozessen.

Herr Lukas Wander hat im Rahmen seiner Masterarbeit eine quasi-inline Anbindung eines NF-NMR-Spektrometers realisiert. Dabei musste eine geeignete Messzelle entwickelt werden, bei der vor allem die die Vormagnetisierung im Fluss vor dem Hintergrund der Relaxationszeiten der Spins berücksichtigt werden. Um systematische Temperatureffekte zu vermeiden wurde eine stochastische Ansteuerung der Fließgeschwindigkeiten realisiert. Verschiedene Messzellen wurden überprüft, und als Optimum stellte sich eine Zelle mit möglichst großem Probenvolumen zur Reduktion der kritischen Fließgeschwindigkeit bei gutem Signal-zu-Rausch-Verhältnis heraus.

Da die gemessenen Spektren wegen der geringen Magnetfeldstärke überlappen und noch etwas temperaturabhängig sind, mussten neue Methoden der modellbasierten Spektrenauswertungen genutzt werden. Die mittels Partial Least Squares Regression und Indirect Hard Modeling bestimmten Stoffmengenkonzentrationen wurden mit der Referenzmethode Hochfeld-NMR-Spektroskopie überprüft. Im Test war diese Methode geeignet, NF-NMR zur Online-Konzentrationsmessung zu nutzen.

Nächste Schritte sind die Strömungsoptimierung der 3D-gedruckten Keramikflusszelle und eine verbesserte Druckfestigkeit. Mit den entwickelten

Raiffeisenstr.16
e-mail:
Degussa Bank F.a.M.

63773 Goldbach Tel.: +49 177 6877667
martin.hajduk.mh@gmail.com
IBAN: DE82 5001 0700 0000 210912

Fax.: +49 6021 550101
BIC: DEGUDEFFXXX

Auswertungsmethoden wird ein Sensor erstellt, der eine Lithierungsreaktion kontinuierlich überwacht und steuert.

Begründung der Auszeichnung:

Online Lösungen zur Reaktionkontrolle mittels Benchtop NF-NMR-Spektrometer werden ein bedeutendes Werkzeug für die chemische Forschung und verfahrenstechnische Entwicklung sein. Diese Methode wird in der Reaktionstechnik schneller Resultate liefern und sichere Einstellung der Prozessparameter ermöglichen.

Die Arbeit stellt gut dar, wie eine systematische Aufarbeitung der noch bestehenden Probleme zu prozesssicheren Lösungen führen wird. Die Probleme der richtigen Probenzufuhr und deren Einfluss auf die Resultate wird gut beleuchtet und es werden gute Lösungen vorgeschlagen und überprüft.

Ein weiterer wichtigerer Schritt ist die Interpretation der gemessenen Spektren. Die von Herrn Wander eingesetzten mathematischer Methoden wie SMP und IHM ermöglichten ihm eine stabile Kalibrierung, um NF-NMR als online Methode zu realisieren.

Die Jury sieht die eingereichte Arbeit als großen Schritt zur Einführung der NF-NMR als online Monitor an und will Herrn Lukas Wander deshalb mit dem diesjährigen Award der besten Masterarbeit im Bereich PAT auszeichnen.

Dr. Martin Hajduk