

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Abkürzungsverzeichnis	VII
Symbolverzeichnis	IX
Abbildungsverzeichnis	XI
Tabellenverzeichnis	XXI
1 ZUSAMMENFASSUNG	- 1 -
Abstract	- 3 -
2 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	- 5 -
2.1 EINLEITUNG UND MOTIVATION	- 5 -
2.2 ZIELSETZUNG	- 6 -
3 GRUNDLAGEN UND STAND DER TECHNIK	- 8 -
3.1 OMEGA-3-FETTSÄUREN	- 8 -
3.1.1 Grundlagen und Bedeutung von Omega-3-Fettsäuren	- 8 -
3.1.2 Mikroalgen als Rohstoff zur Herstellung von Omega-3-Fettsäuren	- 14 -
3.2 AUFARBEITUNGSVERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON WERTSTOFFEN AUS ALGEN ..	- 19 -
3.2.1 Überblick über Aufarbeitungsverfahren von Mikroalgen	- 19 -
3.2.2 Verfahren zum Zellaufschluss von Mikroalgen	- 21 -
3.2.3 Extraktionsverfahren zur Gewinnung von Lipiden aus Mikroalgen	- 23 -
3.2.3.1 Lösungsmittelauswahl für die Extraktion	- 24 -
3.2.3.2 Extraktionsverfahren mit organischen Lösungsmitteln	- 25 -
3.2.3.3 Extraktionsverfahren mit überkritischem CO ₂	- 28 -

3.2.4	Verfahren zur Umesterung von Fettsäuren	- 34 -
3.2.4.1	Enzymatisch katalysierte Veresterungsverfahren	- 35 -
3.2.4.2	Chemisch katalysierte Veresterungsverfahren.....	- 37 -
4	MATERIALIEN UND GERÄTE.....	- 40 -
4.1	MIKROALGE <i>PHAEODACTYLUM TRICORNUTUM</i>	- 40 -
4.2	KULTIVIERUNGSMEDIEN.....	- 40 -
4.3	ENZYME.....	- 41 -
4.4	ANLAGEN	- 42 -
4.4.1	Flachplatten-Airlift-Reaktor zur Kultivierung von Mikroalgen.....	- 42 -
4.4.2	Hochdruckhomogenisator zum Aufschluss von Mikroalgen	- 43 -
4.4.3	Rührwerkskugelmühle zum Aufschluss von Mikroalgen	- 44 -
4.4.4	Anlage zur Extraktion mit Ethanol.....	- 46 -
4.4.5	Anlage zur Extraktion mit überkritischem CO ₂	- 47 -
4.4.6	Anlage zur Extraktion mit verflüssigtem Propan	- 48 -
4.4.7	Anlage zur direkten Extraktion und Veresterung in überkritischem CO ₂	- 49 -
5	METHODEN.....	- 51 -
5.1	ANALYTISCHE METHODEN	- 51 -
5.1.1	Bestimmung des Ammonium- und Phosphat-Gehalts im Medium	- 51 -
5.1.2	Bestimmung des EPA-Gehalts in Mikroalgen und Extrakten.....	- 51 -
5.1.3	Chromatographische Analysen	- 52 -
5.1.3.1	Analyse von Methylestern und Ethylestern mittels Gaschromatographie- 52 -	
5.1.3.2	Analyse von Algenextrakten mittels Dünnschichtchromatographie	- 53 -
5.1.4	Bestimmung des Zellaufschlussgrades von Mikroalgen	- 54 -
5.1.4.1	Bestimmung des intrazellulären Proteins beim Zellaufschluss	- 55 -

5.1.4.2	Bestimmung des Chlorophyll-a Gehalts beim Zellaufschluss	- 55 -
5.1.4.3	Bestimmung der Maximalwerte von Chlorophyll und Protein.....	- 56 -
5.1.5	Bestimmung der Viskosität von Algensuspensionen	- 57 -
5.1.6	Bestimmung der Partikelgrößenverteilung von Algensuspensionen	- 57 -
5.2	KULTIVIERUNG VON MIKROALGEN	- 57 -
5.3	MECHANISCHER ZELLAUF SCHLUSS VON <i>PHAEODACTYLUM TRICORNUTUM</i>	- 59 -
5.3.1	Zellaufschluss im Hochdruckhomogenisator	- 59 -
5.3.2	Zellaufschluss in der Rührwerkskugelmühle	- 59 -
5.4	FEST-FLÜSSIG-EXTRAKTION VON EPA ALS MONOGLACTOSYLDIACYLGLYCERID -	61 -
5.4.1	Batchweise Fest-Flüssig-Extraktion von EPA	- 61 -
5.4.1.1	Auswahl von geeigneten organischen Lösungsmitteln.....	- 62 -
5.4.1.2	Extraktion mit Ethanol.....	- 63 -
5.4.2	Semi-kontinuierliche Fest-Flüssig-Extraktion von EPA.....	- 63 -
5.4.2.1	Extraktion mit Ethanol.....	- 63 -
5.4.2.2	Extraktion mit überkritischem CO ₂	- 64 -
5.4.2.3	Extraktion mit verflüssigtem Propan	- 65 -
5.4.2.4	Berechnung relevanter Kenngrößen für die Extraktion	- 66 -
5.5	VERESTERUNG VON EPA ZU EPA-ETHYLESTERN	- 69 -
5.5.1	Enzymatisch katalysierte Veresterung von Ethanolextrakten aus Algen	- 69 -
5.5.1.1	Herstellung eines Ethanolextrakts aus Algen	- 69 -
5.5.1.2	Bestimmung der Enzymaktivität von Lipasen	- 70 -
5.5.1.3	Auswahl von geeigneten Lipasen zur Veresterung von EPA	- 70 -
5.5.1.4	Veresterung im Reaktionsgemisch Ethanol-Hexan-Wasser	- 71 -
5.5.1.5	Veresterung in überkritischem CO ₂	- 72 -

5.5.2	Chemische Verfahren zur Veresterung von Algenbiomasse in Ethanol.....	- 73 -
5.5.2.1	Alkalisch katalysierte Veresterung von Algenbiomasse.....	- 73 -
5.5.2.2	Sauer katalysierte Veresterung von Algenbiomasse.....	- 74 -
5.6	KOMBINATION VON EXTRAKTION UND VERESTERUNG IN ÜBERKRITISCHEM CO ₂ ..	- 75 -
6	ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....	- 77 -
6.1	ÜBERBLICK ÜBER DIE UNTERSUCHTE PROZESSKETTE.....	- 77 -
6.2	KULTIVIERUNG VON <i>PHAEODACTYLUM TRICORNUTUM</i> ZUR GEWINNUNG VON EPA	- 78 -
6.2.1	Batchweise Kultivierung von <i>Phaeodactylum tricornutum</i> im Labor	- 78 -
6.2.2	Kontinuierliche Kultivierung von <i>Phaeodactylum tricornutum</i> im Freiland	- 80 -
6.2.3	Vergleich und Bewertung der Kultivierungsmethoden.....	- 82 -
6.3	MECHANISCHER ZELLAUFSCHLUSS VON <i>PHAEODACTYLUM TRICORNUTUM</i>	- 86 -
6.3.1	Zellaufschluss im Hochdruckhomogenisator	- 86 -
6.3.2	Zellaufschluss in der Rührwerkskugelmühle	- 91 -
6.3.2.1	Einfluss der Biomassekonzentration auf den Zellaufschlussgrad.....	- 92 -
6.3.2.2	Einfluss des Mahlkörperfüllgrads auf den Zellaufschlussgrad	- 96 -
6.3.2.3	Einfluss der Mahlkörpergröße auf den Zellaufschlussgrad	- 98 -
6.3.3	Vergleich und Bewertung der mechanischen Aufschlussverfahren.....	- 101 -
6.4	FEST-FLÜSSIG EXTRAKTION VON EPA ALS MONOGALACTOSYLDIACYLGLYCERID-	- 105 -
6.4.1	Batchweise Fest-Flüssig-Extraktion von EPA als MGDG	- 105 -
6.4.1.1	Auswahl von geeigneten organischen Lösungsmitteln.....	- 105 -
6.4.1.2	Einfluss von Wasser auf die Extraktion.....	- 109 -
6.4.1.3	Untersuchung der Extraktion mit Ethanol	- 111 -
6.4.2	Semi-kontinuierliche Fest-Flüssig-Extraktion von EPA mit Ethanol.....	- 115 -
6.4.3	Semi-kontinuierliche Extraktion von EPA mit überkritischem CO ₂	- 121 -

6.4.3.1	Einfluss des Zellaufschlusses und des Co-Solvents Ethanol.....	- 121 -
6.4.3.2	Einfluss von Wasser auf die Extraktion mit überkritischem CO ₂	- 127 -
6.4.3.3	Einfluss des Drucks auf die Extraktion mit überkritischem CO ₂	- 130 -
6.4.3.4	Einfluss des Massenstroms auf die Extraktion mit überkritischem CO ₂ -	131 -
6.4.4	Semi-kontinuierliche Fest-Flüssig-Extraktion von EPA mit Propan	- 134 -
6.4.4.1	Einfluss des Zellaufschlusses auf die Extraktion mit Propan	- 134 -
6.4.4.2	Einfluss von Wasser auf die Extraktion mit Propan	- 137 -
6.4.5	Vergleich und Bewertung der Extraktionsverfahren von EPA	- 139 -
6.5	VERFAHREN ZUR VERESTERUNG VON EPA ZU EPA-ETHYLESTERN.....	- 148 -
6.5.1	Batchverfahren zur enzymatischen Veresterung von Ethanolextrakten	- 148 -
6.5.1.1	Auswahl von geeigneten Lipasen zur Veresterung.....	- 148 -
6.5.1.2	Veresterung im Reaktionsgemisch Ethanol-Hexan-Wasser	- 150 -
6.5.2	Kontinuierliche enzymatische Veresterung in überkritischem CO ₂	- 153 -
6.5.2.1	Einfluss des Drucks und der Temperatur auf die Veresterung	- 154 -
6.5.2.2	Einfluss des Enzym-Substrat-Zeit-Verhältnisses auf die Veresterung -	158 -
6.5.3	Chemische Verfahren zur Veresterung von Algenbiomasse in Ethanol	- 160 -
6.5.3.1	Alkalisch katalysierte Veresterung von Algenbiomasse.....	- 161 -
6.5.3.2	Sauer katalysierte Veresterung von Algenbiomasse.....	- 162 -
6.5.4	Vergleich und Bewertung der Verfahren zur Veresterung von EPA	- 165 -
6.6	KOMBINATION VON EXTRAKTION UND ENZYMATISCHER VERESTERUNG IN CO ₂ .-	167 -
6.7	DARSTELLUNG UND BEWERTUNG DER PROZESSKETTE.....	- 171 -
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	- 174 -
7.1	ZUSAMMENFASSUNG	- 174 -
7.2	AUSBLICK.....	- 178 -

8	LITERATURVERZEICHNIS.....	- 181 -
9	ANHANG.....	- 192 -
9.1	SPEZIFISCHER ENERGIEEINTRAG BEIM ZELLAUFSCHLUSS.....	- 192 -
9.2	VISKOSITÄTSMESSUNG BEIM ZELLAUFSCHLUSS	- 193 -
9.3	PARTIKELGRÖßENVERTEILUNG BEIM ZELLAUFSCHLUSS	- 195 -
9.4	ZELLAUFSCHLUSS IN DER DYNAMILL ZUR EXTRAKTION	- 199 -
9.5	KURVENFITTING ZUR EXTRAKTION MIT ÜBERKRITISCHEM CO ₂ UND ETHANOL.....	- 200 -
9.6	ENZYMATISCHE UMESTERUNG	- 202 -
9.7	CHARAKTERISIERUNG DER MODELLE NACH DOE	- 203 -
9.8	GERÄTELISTE.....	- 204 -
9.9	CHEMIKALIEN.....	- 206 -
9.10	VERBRAUCHSMATERIALIEN.....	- 208 -
9.11	ZUSATZ.....	- 209 -