

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 -

Inhaltsverzeichnis

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>PHAEODACTYLM 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 ZELLAUFSCHLUSS VON <i>PHAEODACTYLM 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 MONOGALACTOSYLDIACYLGLYCERID- 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>PHAEODACTYLM TRICORNUTUM</i> ZUR GEWINNUNG VON EPA - 78 -	
6.2.1	Batchweise Kultivierung von <i>Phaeodactyllum tricornutum</i> im Labor	78 -
6.2.2	Kontinuierliche Kultivierung von <i>Phaeodactyllum tricornutum</i> im Freiland - 80 -	
6.2.3	Vergleich und Bewertung der Kultivierungsmethoden.....	82 -
6.3	MECHANISCHER ZELLAUFSCHLUSS VON <i>PHAEODACTYLM 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 -

Inhaltsverzeichnis

8	LITERATURVERZEICHNIS.....	- 181 -
9	ANHANG	- 192 -
9.1	SPEZIFISCHER ENERGIEEINTRAG BEIM ZELLAUFSCHLUSS.....	- 192 -
9.2	VISKOSITÄTSMESSUNG BEIM ZELLAUFSCHLUSS	- 193 -
9.3	PARTIKELGRÖBENVERTEILUNG BEIM ZELLAUFSCHLUSS.....	- 195 -
9.4	ZELLAUFSCHLUSS IN DER DYNOMILL 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 -