

# Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>1 Einleitung und Problemstellung</b>	<b>1</b>
<b>2 Kühlschmierstoffe</b>	<b>4</b>
2.1 Einteilung der Kühlschmierstoffe	4
2.2 Nichtwassermischbare Kühlschmierstoffe	5
2.3 Wassermischbare Kühlschmierstoffe	5
2.4 Inhaltsstoffe wassermischbarer Kühlschmierstoffe	8
2.4.1 Mineralöl als Basis	8
2.4.2 Korrosionsinhibitoren	8
2.4.3 Emulgatoren	9
2.4.4 Konservierungsmittel (Biozide)	9
2.4.5 Weitere Zusätze in Kühlschmierstoffen	9
2.5 Regeln und Gesetze für den Umgang mit wassermischbaren Kühlschmierstoffen	10
2.5.1 Technische Regeln für Gefahrstoffe 611 und 900	10
2.5.2 Abfallgesetz	11
2.6 Betrieb und Pflege von Kühlschmierstoff-Kreisläufen	12
<b>3 Grundlagen der Kapillarelektrophorese</b>	<b>13</b>
3.1 Trennprinzip und Aufbau einer Kapillarelektrophorese-Apparatur	13
3.2 Theoretische Grundlagen	15
3.2.1 Elektroosmotischer Fluß	15
3.2.2 Elektrophoretische Mobilität und Geschwindigkeit	16
3.2.3 Migrationszeit	18
3.2.4 Experimentelle Bestimmung von Mobilität und Geschwindigkeit	18
3.3 Elektrophoretische Kenngrößen	19
3.3.1 Theoretische Bodenzahl, Dispersion und Diffusion	19
3.3.2 Auflösung der Signale	21
3.3.3 Selektivität	22
3.3.4 Tailing und Fronting	22
3.4 Apparative Grundlagen	22

3.4.1	Kapillare	23
3.4.2	Probenaufgabe	24
3.4.3	Detektoren	26
3.4.4	Indirekte UV-Detektion von Kationen und Anionen	26
3.5	Micellare Elektrokinetische Chromatographie (MEKC)	28
3.6	Optimierung einer Trennung mittels Kapillarelektrophorese	30
3.7	Kalibrierung und statistische Kenndaten von Analysenverfahren	30
3.7.1	Auswertung der Signale	31
3.7.2	Auswahl des Arbeitsbereiches	31
3.7.3	Erstellen einer Kalibrierfunktion	31
3.7.4	Test auf Ausreißer	33
3.7.5	Methoden der Kalibrierung eines Bestimmungsverfahrens	34
3.7.6	Bestimmungs- und Nachweisgrenzen	34
3.7.7	Wiederfindungen	35
<b>4</b>	<b>Verfahrensentwicklung zur Bestimmung von Alkanolaminen in wasser-mischbaren Kühlschmierstoffen mittels Kapillarzonelektrophorese</b>	<b>37</b>
4.1	Charakterisierung der Alkanolamine	37
4.1.1	Struktur und Nomenklatur	37
4.1.2	Synthese, Eigenschaften und Verwendung	38
4.2	Bedeutung der Alkanolamine für Kühlschmierstoffe	40
4.3	Methodenentwicklung für die Trennung von Alkanolaminen und Morpholin	42
4.3.1	Aspekte für die Bestimmung der Alkanolamine	42
4.3.2	Geräteparameter	42
4.3.3	Standardlösungen	43
4.3.4	Überprüfung von Puffersystemen	43
4.3.5	Optimierte Trennung	46
4.3.6	Untersuchungen zum Einfluß der Spannung und der Temperatur auf die Trennung der Alkanolamine	48
4.3.7	Abschätzung von Störungen	51
4.4	Statistische Verfahrenskenngrößen	53
4.4.1	Arbeitsbereiche, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	53
4.4.2	Ermittlung der Wiederfindungen	57

4.5	Quantifizierung von Alkanolaminen in Kühlschmierstoffen	57
4.5.1	Durchführung der Untersuchungen	57
4.5.2	Ergebnisse und Diskussion	58
<b>5</b>	<b>Entwicklung eines Bestimmungsverfahrens für anorganische Anionen und niedermolekulare Carbonsäureanionen in Kühlschmierstoffen mit Hilfe der Kapillaronenelektrophorese</b>	<b>64</b>
5.1	Anionen in Kühlschmierstoffen	64
5.2	Methodenentwicklung zur Trennung von anorganischen Anionen und niedermolekularen Carbonsäureanionen	65
5.2.1	Wissensstand für die Trennung von Anionen	65
5.2.2	Standardlösungen	65
5.2.3	Entwicklung eines Puffersystems	65
5.2.4	Einfluß der Kapillartemperatur und der Spannung auf die Trennung	70
5.3	Statistische Kenngrößen des Verfahrens	72
5.3.1	Arbeitsbereiche, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	72
5.3.2	Bestimmung der Wiederfindungen	74
5.4	Ergebnisse der Quantifizierung von Anionen in Kühlschmierstoffen	75
<b>6</b>	<b>Systematische Optimierung eines Analysenverfahrens zur Bestimmung von Korrosionsinhibitoren und Bioziden mit der Kapillaronenelektrophorese</b>	<b>77</b>
6.1	Charakterisierung der Inhibitoren und Biozide	77
6.2	Entwicklung und Optimierung der Trennung von Korrosionsinhibitoren und Bioziden	79
6.2.1	Theoretische Überlegungen für eine geeignete Bestimmungsmethode	79
6.2.2	Kalibrierlösungen	80
6.2.3	Auswahl der Borat-Konzentration des Puffers	81
6.2.4	Auswirkungen der Kapillartemperatur auf die Trennung	83
6.2.5	Optimierung des pH-Wertes des Puffers	85
6.2.6	Bestimmung der anzulegenden Spannung	86
6.2.7	Bedingungen der optimierten Trennung	87
6.2.8	Beispielhafte Berechnung der elektrophoretischen Mobilitäten	89

6.2.9	Vergleich der relativen Standardabweichungen mit und ohne Zusatz von internem Standard	91
6.2.10	Kontrolle der Reproduzierbarkeit der Migrationszeiten	92
6.3	Statistische Verfahrenskenngrößen	93
6.3.1	Arbeitsbereiche, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	93
6.3.2	Bestimmung der Wiederfindungen	95
6.4	Quantifizierung von Korrosionsinhibitoren und Bioziden in Kühlschmierstoffen	96
6.4.1	Aufbereitung der Proben	96
6.4.2	Ergebnisse und Bewertung	98
<b>7</b>	<b>Bestimmung von Isothiazolonen, Phenoxyalkanolen, p-Chlor-m-kresol, Phenol und 3-Jod-2-propinyl-N-butylcarbamat in Kühlschmierstoffen mit Hilfe der Micellaren Elektrokinetischen Chromatographie (MEKC)</b>	<b>103</b>
7.1	Eigenschaften und Strukturen der untersuchten Substanzen	103
7.2	Entwicklung eines Bestimmungsverfahrens	106
7.2.1	Überlegungen zur Trennung von Isothiazolonen	106
7.2.2	Kalibrierung	107
7.2.3	Optimierung der Trennung	107
7.2.4	Nachweis von Natrium-Pyrithion mit der Micellaren Elektrokinetischen Chromatographie	113
7.3	Statistische Verfahrenskenngrößen	115
7.3.1	Arbeitsbereiche, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	115
7.3.2	Ermittlung der Wiederfindungen	116
7.4	Quantifizierung der Analyten in Kühlschmierstoffen	117
7.4.1	Vorgehensweise	117
7.4.2	Ergebnisse und Bewertung	117
<b>8</b>	<b>Untersuchungen zur Veränderung der Konzentration verschiedener Inhaltsstoffe in vier Kühlschmierstoff-Kreislaufsystemen metallverarbeitender Unternehmen</b>	<b>122</b>
8.1	Durchführung der Untersuchungen	122
8.2	Ergebnisse der Quantifizierung von Einzelkomponenten der Kühlschmierstoff-Kreislaufsysteme	123

8.2.1	Bestimmung von Alkanolaminen	124
8.2.2	Änderungen der Konzentrationen von Korrosionsinhibitoren	126
8.2.3	Ergebnisse der Untersuchungen von Phenoxyalkanolen	128
8.2.4	Änderungen der Konzentrationen von Anionen	130
8.3	Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse von vier Kühlschmierstoff-Kreislaufsystemen	132
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>135</b>
<b>10</b>	<b>Geräte und Chemikalien</b>	<b>139</b>
<b>11</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>140</b>
<b>12</b>	<b>Anhang</b>	<b>145</b>
	Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen untersuchter Substanzen	
	Liste der Komponenten von Kühlschmierstoffen	