



SOLID-CHEM

Industrial Analytics Lab GmbH

SOLID-CHEM GmbH
Universitätsstraße 136
D-44799 Bochum

Einführung eines LIMS/digitales Laborbuches in der SOLID-CHEM

Bearbeitet von:

Dr. Kevin Grasmik



Gründe zur Einführung

- Momentan hat jeder Mitarbeiter sein eigenes Laborjournal.
- Informationen können nicht schnell ausgetauscht werden (Evtl. Suche nach Informationen nimmt viel Zeit in Anspruch).
- Generelle Datenerfassung erfolgt nur beim Probeneingang, in den Laborbüchern sowie in Projektabhängigen Exceltabellen.
- Hierbei treten die folgenden Probleme auf:
 1. Messnummern können doppelt vergeben werden.
 2. Experimentnummern können doppelt vergeben werden.
 3. Keine gute Übersicht bezüglich der erhaltenen Ergebnisse/Daten wie z.B.:
 - Festkörperform
 - Datenübertragung (Einwaagen etc.)
 - Thermische Eigenschaften
 - Übertragungsfehler (Handschrift/Leserlichkeit)
 - u.s.w.



Bisherige Datenerfassung – Probeneingang

The screenshot shows a data entry form titled "Probe" with the following fields:

- Interne Vergabenummer (with a "Neu" button)
- Wirkstoff
- Auftraggeber
- Proben-Nr. and Projektvertragsnummer (with a "0" value)
- Anlagennummer
- Summenformel
- Bezeichnung
- Originator
- Probeneingang
- Probenmasse
- Besonderheiten
- Infos
- Standort, Messung DSC, Messung Pulver, Messung IR (with checkboxes)
- Bemerkungen zur Messung
- Vertrag vorhanden, Vertrag vorhanden Datum, Vertrag unterzeichnet, Vertrag unterzeichnet Datum (with checkboxes)
- Vertrag verschickt, Vertrag verschickt Datum, Vertrag abgerechnet, Vertrag abgerechnet Datum (with checkboxes)
- Vertrag bezahlt, Vertrag bezahlt Datum (with checkboxes)
- Bemerkungen

At the bottom, there is a status bar showing "Datensatz: 4801 von 4801", "Ungefiltert", and a "Suchen" button.

- Eintragung der grundlegenden Daten der Probe
 - Keine Doppelbenennung möglich → Fehlermeldung
 - Die Daten sind generell für alle Mitarbeiter zugänglich
 - Momentan keine direkte Verknüpfung mit den, auf der Probe basierenden Experimenten.
-
- Hierbei wäre wünschenswert (nicht final):
 1. Direkte Verknüpfung zu durchgeführten Experimenten
 2. Verknüpfung zur durchgeführten Eingangsanalytik, welche jederzeit variieren kann.
 3. Beim Probeneingang werden Fotos gemacht. Hier sollte die Möglichkeit bestehen diese einbinden zu können.
 4. Nachsubstanz (fortlaufende Nummer) muss unter dem selben Projekt gespeichert werden können.
 5. ...



Bisherige Datenerfassung – Messbücher (DSC)

Datum	Probenname	Projekt	Einwaage [mg]	Ac-substanz [mg]	Rampe	Temperaturprogramm	Tiegel	Bemerkungen	Operator
28.11.19	Lactosemonohydrat 001	Jelone	4,170	/	10 K/min	RT → 160 → RT	pierced	/	Jelone
29.11.19	Lactosemonohydrat 002	Jelone	5,786	/	10 K/min	RT → 200 → RT	pierced	/	Jelone
03.12.19	Indium_031219-10K	Validation-g	11,81	/	10 K/min	RT → 100 → 150 → 100 → 150 → RT	pierced	/	Joscha
	Indium_031219-5K	"	2,664	/	5 K/min	RT → 100 → RT → 150 → RT	"	/	Joscha
			11,81	/	10 K/min	RT → 100 → 150 → 100 → 150 → RT	"	/	Joscha
04.12.19			2,112	/	1 K/min	RT → 200 → RT	pierced	/	Kevin
05.12.19			3,294	/	40 K/min	RT → 200 → RT	"	/	JNT
			4,256	/	10 K/min	RT → 200 → RT	"	/	JNT
06.12.19			10,526	/	10 K/min	RT → 125 → RT	"	preparative DSC	Joscha
09.12.19			2,222	/	"	RT → 150 → RT → 100 → RT	"	/	JNT
			2,224	/	"	RT → 200 → RT	"	/	JNT

- Eintragung der grundlegenden Messparameter (Messabhängig).
- Starke Varianz der benötigten Eingabefelder.
- Momentan keine direkte Verknüpfung der Messparameter zur Excel-Experimenttabelle.
- Hierbei wäre wünschenswert (nicht final):
 1. Direkte Verknüpfung zu durchgeführten Experimenten
 2. Keine möglichen Doppelbelegung der Messnummer. (Beispielbenennung xyzXYZ001EXP001DSC001)
 3. Beobachtungen müssen eingetragen werden können.
 4. Erhöhte Flexibilität. Beispiel Rampe: Hier sollte man zwischen Heizrate und Kühlrate differenzieren können, da manche Programme einen Wechsel vorsehen (10 K/min aufheizen und 5 K/min abkühlen).
 5. ...



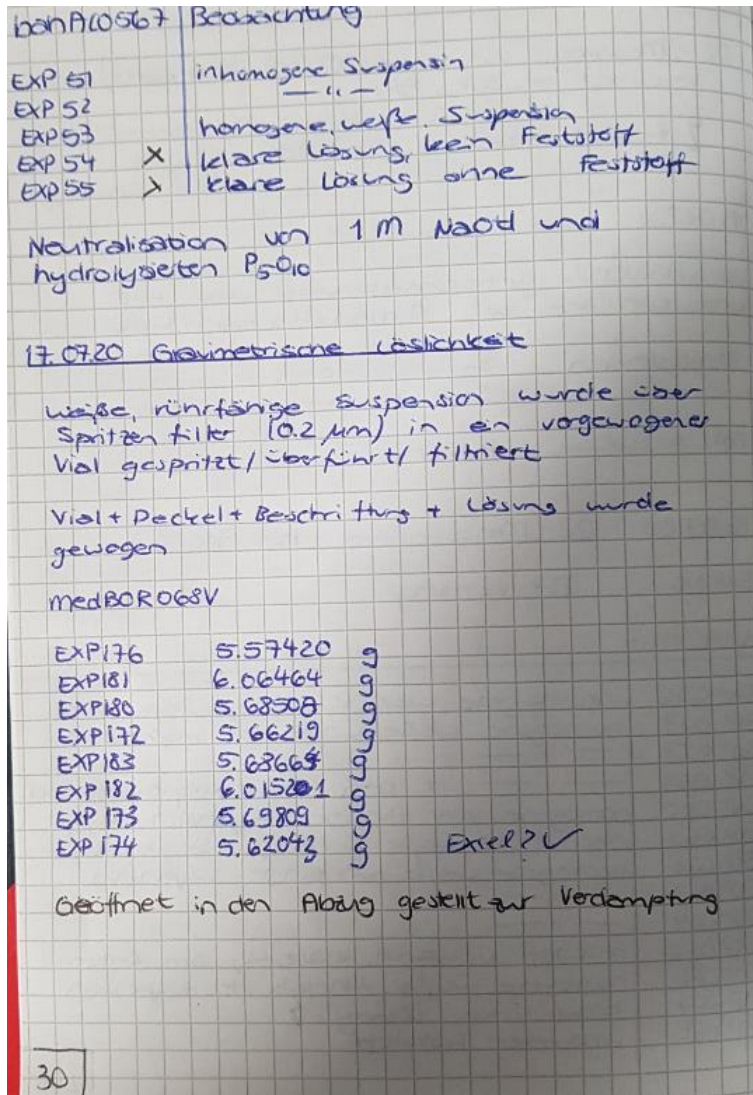
Bisherige Datenerfassung – Messbücher (PXRD)

Datum	Probenname. raw	Projekt	Probenpräparation	Programm. dgl	Bemerkung	OP
12. Juli 2015	[REDACTED] EXP187 PXRD001	[REDACTED]	Kap Ø 0.7 Glas 14	Kap 1.5 60psd - 12-15min + 8		D
	[REDACTED] 60psd PXRD001		"	" + 8		D
15. BR 154 →	[REDACTED] ginter 40ml PXRD001		"	" x 8		DF
	[REDACTED] 60psd PXRD001		"	" x 8		D
	[REDACTED] EXP188 PXRD001		"	" x 8		Seu

- Eintragung der grundlegenden Messparameter (Messabhängig).
- Starke Varianz der benötigten Eingabefelder.
- Momentan keine direkte Verknüpfung der Messparameter zur Excel-Experimenttabelle.
- Hierbei wäre wünschenswert (nicht final):
 1. Direkte Verknüpfung zu durchgeführten Experimenten
 2. Keine möglichen Doppelbelegung der Messnummer. (Beispielbenennung xyzXYZ001EXP001**PXRD001**)
 3. Beobachtungen müssen eingetragen werden können.
 4. Erhöhte Flexibilität. Beispiel Präparation: Hier sollte man Kapillar und Glastyp eintragen können.
 5. Bemerkungen können z.B. sein: Nach Präparativer DSC → Verlinkung zur anderen Messung sollte möglich sein.



Bisherige Datenerfassung – Laborjournale



- Starke Varianz der benötigten Eingabefelder.
(Einwaagen, Temperaturen, Beobachtungen, Skizzen, Bilder, Datum, Uhrzeit (manchmal), und vieles mehr)
- Momentan keine direkte Verknüpfung der Daten zur Excel-Experimenttabelle bis auf Beobachtungsfeld.
- Hierbei wäre wünschenswert (nicht final):
 1. Direkte Verknüpfung zu durchgeführten Experimenten
 2. Ergänzungsmöglichkeit für eigene Felder zur Erweiterung der Parameter.
 3. Erhöhte Flexibilität. Bsp: Änderung der Einheiten (mL, L, g, mg, K, °C etc.)
 4. Verlinkung zur anderen Messung sollte möglich sein da evtl eine Reproduktion, folge Experiment etc.



Bisherige Datenerfassung – Laborjournale

12.05.20 GEFRIERPUNKTSBESTIMMUNG ¹ (85/15); ² (75/25)					Zeit	Julabo soll [°C]	Julabo ist [°C]	Lsg. 1 [°C]	Lsg. 2 [°C]	Anmerkung
→ Julabo Programm					12:32	1.19	1.35	3.4	4.2	
STEP 1 30°C → 4°C Rate: - 1 $\frac{K}{min}$					12:34	1.01	1.17	3.3	4.0	
STEP 2 4°C → -20°C Rate: - 0.1 $\frac{K}{min}$					12:36	0.82	0.98	3.1	3.8	
					12:38	0.63	0.79	2.9	3.6	
					12:40	0.43	0.61	2.8	3.5	
					12:42	0.22	0.39	2.6	3.3	
					12:44	0.01	0.17	2.4	3.1	
					12:46	-0.17	-0.01	2.2	2.9	
					12:48	-0.39	-0.23	2.0	2.7	
					12:50	-0.60	-0.44	1.8	2.5	
					12:52	-0.78	-0.63	1.6	2.4	
					12:54	-0.98	-0.81	1.4	2.2	
					12:56	-1.16	-0.99	1.3	2.0	
					12:58	-1.38	-1.22	1.1	1.9	
					13:00	-1.57	-1.42	0.9	1.7	
					13:02	-1.78	-1.63	0.7	1.5	
					13:04	-1.98	-1.81	0.6	1.3	
					13:06	-2.17	-2.01	0.4	1.2	
					13:08	-2.36	-2.22	0.3	1.0	
					13:10	-2.57	-2.42	0.1	0.9	
					13:12	-2.77	-2.59	0.0	0.8	
					13:14	-2.95	-2.80	-0.1	0.6	
					13:16	-3.16	-3.01	-0.3	0.4	
					13:18	-3.38	-3.21	-0.5	0.3	
					13:20	-3.57	-3.41	-0.7	0.1	
					13:22	-3.77	-3.60	-0.9	-0.2	
					13:24	-3.96	-3.79	-1.0	-0.2	
					13:26	-4.18	-4.01	-1.2	-0.4	
					13:28	-4.38	-4.20	-1.4	-0.5	
					13:30	-4.59	-4.40	-1.6	-0.8	
					13:32	-4.79	-4.62	-1.8	-0.9	
					13:34	-4.97	-4.80	-2.0	-1.1	
					13:36	-5.17	-5.00	-2.1	-1.2	
					13:38	-5.37	-5.21	-2.3	-1.4	
					13:40	-5.57	-5.40	-2.5	-1.6	
					13:42	-5.77	-5.61	-2.7	-1.8	
					13:44	-5.89	-5.83	-2.9	-1.9	
					13:46	-6.09	-6.03	-3.1	-2.1	
Zeit	Julabo [°C] soll	Julabo [°C] ist	Lösung 1 [°C]	Lösung 2 [°C]						
11:38	30.0	30.0	30.0	30.0						
11:40										
11:42										
11:44	23.03	24.64	25.7	26.1						
11:46	21.97	23.62	25.2	25.6						
11:48	19.91	21.55	23.2	23.8						
11:50	17.83	19.95	21.3	21.8						
11:52	16.05	17.72	19.7	20.2						
11:54	13.87	15.34	17.7	18.3						
11:56	11.80	13.43	15.5	15.9						
11:58	9.75	11.36	13.8	14.5						
12:00	8.06	9.76	12.5	13.0						
12:02	6.16	7.82	10.8	11.4						
12:04	4.07	5.71	8.9	9.5						
12:06	3.79	4.20	7.0	7.6						
12:08	3.61	3.81	6.1	6.8						
12:10	3.41	3.60	5.5	6.3						
12:12	3.22	3.37	5.3	6.0						
12:14	3.03	3.8	5.1	5.8						
12:16	2.83	2.99	4.9	5.6						
12:18	2.63	2.79	4.7	5.4						
12:20	2.42	2.59	4.5	5.3						
12:22	2.21	2.38	4.3	5.1						
12:24	2.03	2.20	4.2	4.9						
12:26	1.81	1.97	4.0	4.7						
12:28	1.63	1.80	3.8	4.5						



Bisherige Datenerfassung – Laborjournale

Datum 16.06.20 me8API001

Einwaage API leicht oranges/gelbes Pulver
10.002 mg

EXP0017 API: ~~9.862~~ mg (10.01 mmol)
Milchsäure m_{sol} = 0.905 mg
 m_{ST} = 1.2 mg

EXP0018 Milchsäure 9.110 g
API m_{sol} 100.32 mg
 m_{ST} 100.05 mg

EXP0019 API: 10.004 mg

EXP0020 API: ~~8.88~~ 9.998 mg

EXP0021 API: ~~6.448~~ g
~~6.445~~
6.450 g

EXP0017 bei 30°C in 500 ml CDCl₃ gelöst
Dampfdiffusion in 1,5 ml Pentan
→ klare Lsg. 15:00 Uhr Start

EXP0018 9.110 g Milchsäureanhydrid
und 100.05 mg API eingewogen
Zugabe von 0.17 ml DCM
→ Verfärbung: gelbe Lösung
1.5 h Rühren bei RT
Abdampfen und in 200 µl MTBE aufnehmen
über Nacht bei 40°C

Dienstag, der 01.09.20

Kernporenfiltration once ETO 005

- Anlagenreinigung von Jasco durchgeführt
15 min EtOH + 15 min Reinstwasser in
einem Ultraschallbad (Sven + Beckel)
- Reinigung des Filters (vergolde, 0.8 µm)
mit 30 ml Reinstwasser
→ Reinheitskontrolle anhand von optischer
Mikroskopie
→ keine Verunreinigungen optisch erkennbar
jedoch Defekte im Filter (klein) sichtbar
(lokalisiert auf der rechten mittleren Seite
außen); Schrammen
- Einsatz des Filters in der KPF-Anlage ohne
Markierung mit Edding, um Verlaufen beim
Spülen mit EtOH zu verhindern
- Filtration der Probe
3x Vial nachspülen mit ca. 3-4 ml absoluten
EtOH
3x KPP mit absolutem EtOH nachgespült
(Spritzenfilter 0.2 µm aus PTFE verwendet)
→ Absaugen bis Filter trocken ist
- Faser auf dem Filter identifiziert und Filter
in Plastikdose überführt
→ Faser löst sich leicht
- Fixierung mit Klebepinzetten
→ Mikroskopie
Filter durch Filtration gewellt, daher evtl.
Reflexionen auf den Bildern; Polarisierung durch
Plastikdose; neben gesuchter Faser weiteren
Partikel gesichtet (evtl. Verunreinigung durch Glas)





Bisherige Datenerfassung – Laborjournale

Left Page:

DATUM/DATE Fortsetzung 21.01.2020

09 198255 (Placebo?)
oben P1 ist ? (CONSIDER ~~Hand?~~?)
org. Faser (4 cm lang)
unten P1 ist H1 ? Folie?
Deibel?

10 198255 (Placebo?)
oben V4H Stahl
unten Talk mit Spitzen/spikes?
Salze? unvollständig

Ⓢ Methohexal / Oucotec / SC-19-0128
ouc MTX001 = blauer Partikel in Spritze
ouc MTX002 = in Duranflasche 1L konz.
Methohexal 50mg/ml
ouc MTX003 = Autoklavierband

01 198258 } ouc MTX003 Band?
02 " }
03 " } Da sind recht Glasplättchen?
in 03 ist das Glaspartikel ungedeckt

04 198256 = KPF + blaues P. der schon abgenommen
wurde / separat ist.
*Mäßig viele Facetten
→ alle gleich?*

Right Page:

DATUM/DATE Fortsetzung 21.01.2020

05 198257 (blauer Partikel) hat vermutlich mit
06 mit dem Autoklavierband zutun?
Banden denken auf Polyester-Vlies hin?
Partikel charakterist. *05 Raman
06 FTIR HTR*

07 198258 Autoklavierband
Glas-Partikel ungedeckt
blauer Farbstoff auf Glas, was ist das Glas? *SiO2 aus Glas
Farbstoff C-haltig*
Kalk-Krystallglas *P2 → 5*

08 198257 (blauer Partikel)
nach der FTIR-Messung = ~~wach Raman?~~
was ist unterhalb für eine Krümmung?
ab genommen von Si-halter, Klebstoff bleibt noch (dunkel) durch
EDX Pigment-Farbstoff? *EDX*
SZ gereicht und normal

09 198256 (KPF) ?
halbbrennparente Partikel

10 198256 (KPF) oben *keineTHING*
unten

11 198256 (KPF) unten *u*

12 198256 (KPF) oben *keineTHING*
unten *hier unterhalb nach Zeit in versch. + Befragen?*

Handwritten notes on right page:

- Baso4* (boxed)
- Polyester Vlies = blaue Partikel*



Bisherige Datenerfassung – Laborjournale

Page 34

04.05.2018 organisatorisches Parallel-Labor

07.05.2018 ↑↑

08.05.2018 Journal of Colloid and Interface Science
514(2018)769-780

SH010

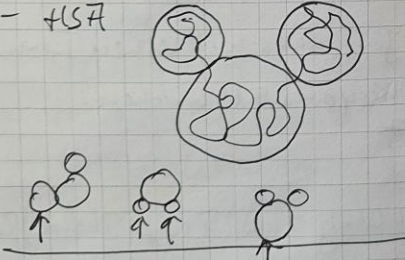
RISuche

Albumin/Protein Adsorption ist in den vergangenen Dekaden wohl gut untersucht worden

mit B22

SH-Zim-010

HSA




Page 35

09.05.2018 Journal of Colloid and Interface Science
478(2016)29-35

SH011

RISuche

Micellen setzen sich in der Nähe von HSA



Mail von Johannes Probenst

nam man im PL/CD/ Roman?? sehen?

14.05.2018 Journal of Colloid and Interface Science
124(2)(1988)403-406

SH012

RISuche

SH-Zim-012

zum Zugriff auf Paper

Abstract:

- BSA ist optisch anisotrop?
- Je nach Achse des Moleküls ist der RI zwischen 1,744 und 1,563, der mittlere 1,602

SH-Zim-013 → Artikel besorgen ✓

Colloids and Surfaces B: Biointerfaces
153(2017)929-936

SH013

RISuche



Bisherige Datenerfassung – Laborjournale

Bukamirale Cihvale

Do 4.7.2013

5102g feuchtes Bukamirale Cihvale
+ 32g Aktivkohle
+ 32g Celite (Filtermedien)
+ 1515 Liter Isopropanol

} unter N_2

erhitzen auf 60-65°C unter Rühren während Wirkstoff sich vollständig löst
Filtern + Waschen der Pipeline mit 66 Litern Isopropanol
Vorsichtiges Abkühlen auf 36-40°C
Produkt fällt aus
3-5 Stunden bei 36-40°C Rühren lassen
Dann auf 10°C abkühlen
Waschen des Filtergutes mit 110 Liter Isopropanol
Trocknen bei 35°C bis der Gewichtsverlust $\leq 0,5\%$ beträgt
(ca. 24-48 h)



Bisherige Datenerfassung – Experimenttabellen

	API	SOLL	IST	Vial N°	Vial	D	Vial + P	Vial + P + D	Start	Bemerkung	26.06.2020			21.08.2020			13.11.2020		
		(mg)	(mg)								Vial + P + D	Vial + P + D nach Probenentnahme	PXRD, DSC, TGA, HPLC [mg]	Vial + P + D	Vial + P + D nach Probenentnahme	PXRD, DSC, TGA, HPLC [mg]	Vial + P + D	Vial + P + D nach Probenentnahme	PXRD, DSC, TGA, HPLC [mg]
PimodALAG001	API001	90,00	90,886	1	4,64223	0,7097	4,7331	5,44277	29.05.2020	25°C, 6 Monate	5,44229	5,42755	14,74	5,42759	5,40841		5,40839		
PimodBLAG001	EXP009R1	90,00	89,946	2	4,641618	0,7523	4,7316	5,48396	29.05.2020	25°C, 6 Monate	5,48417	5,46516	19,01	5,46502	5,44075		5,44062		
PihydratLAG001	EXP117_2R1	90,00	89,678	3	4,6977	0,7382	4,7874	5,52557	29.05.2020	25°C, 6 Monate	5,52611	5,51138	14,73	5,51174	5,49036		5,49026		
lamorphLAG001	DirectGRI001	90,00	90,058	4	4,683592	0,7345	4,7737	5,50815	29.05.2020	25°C, 6 Monate	5,50855	5,49220	16,35	5,49222	5,46310		5,46243		
PimodALAG002	API001	90,00	90,888	5	4,597094	0,6974	4,6880	5,38540	29.05.2020	50°C, 6 Monate	5,40614	5,39403	12,110	5,3933	5,35957		5,35861		
PimodBLAG002	EXP009R1	90,00	89,980	6	4,619332	0,7101	4,7093	5,41942	29.05.2020	50°C, 6 Monate	5,41862	5,39922	19,400	5,39852	5,36202		5,36133		
PihydratLAG002	EXP117_2R1	90,00	90,434	7	4,60993	0,7461	4,7004	5,44649	29.05.2020	50°C, 6 Monate	5,44459	5,43459	10,000	5,43358	5,40631		5,40544		
lamorphLAG002	DirectGRI002	90,00	89,116	8	4,616138	0,7348	4,7053	5,44009	29.05.2020	50°C, 6 Monate	5,4379	5,42158	16,320	5,42083	5,38686		5,38611		
PimodALAG003	API001	90,00	90,002	9	4,678128	0,7099	4,7681	5,47795	29.05.2020	85 %rH, 25 °C, 6Monate	5,47784	5,46266	15,180	5,46324	5,43679		5,43987		
PimodBLAG003	EXP009R1	90,00	90,768	10	4,644776	0,7000	4,7355	5,43553	29.05.2020	85 %rH, 25 °C, 6Monate	5,43594	5,42231	13,630	5,42325	5,37963		5,38588		
PihydratLAG003	EXP117_2R1	90,00	90,732	11	4,617778	0,7076	4,7085	5,41608	29.05.2020	85 %rH, 25 °C, 6Monate	5,42028	5,4079	12,380	5,40891	5,38846		5,39002		
PihydratLAG004	EXP117_2R1	90,00	90,618	12	4,614956	0,7351	4,7056	5,44062	29.05.2020	15 %rH, 25 °C, 6Monate	5,44055	5,42414	16,410	5,42985	5,40426		5,40401		
lamorphLAG003	DirectGRI003	90,00	90,756	13	4,638006	0,7447	4,7288	5,47348	29.05.2020	85 %rH, 25 °C, 6Monate	5,47197	5,44822	23,750	5,44874	5,4145		5,41549		
it-Proben sind sehr elektrostatisch										Mengen die für Analytik geplant sind			Anmerkung 6 Monate:						
										PXRD 10 mg pro Zeitpunkt			TGA Rechner defekt, Proben sind daher wieder in die Lagerung gegangen ohne diese Auszuweisen						
										DSC 2 mg pro Zeitpunkt			HPLC muss noch angefüllt werden						
										TGA 5 mg pro Zeitpunkt									
										HPLC 1 mg pro Zeitpunkt									
										18 mg/Messzeitpunkt									

- Verminderte Übersicht durch Segmentierung in Reiter
- Beobachtungen aus Laborjournal müssen öfters nachgetragen werden weil gleichzeitiges arbeiten in Exceltabelle nicht möglich. Wird oft vergessen zu schließen.
- Keine Direkte Datenübertragung zu einzelnen Messmethoden oder Parametern.
- Hierbei wäre wünschenswert (nicht final):

1. Direkte Verknüpfung zu durchgeführten Messmethoden und Parametern
2. Ergänzungsmöglichkeit für eigene Felder zur Erweiterung der Parameter (Unterschiedliche Experimenttypen benötigen oft unterschiedliche Kategorien (Cofomer, Lösemittel/Gemisch, Datum, Uhrzeit, experimentelle Parameter).
3. Erhöhte Flexibilität. Bsp: Änderung der Einheiten (mL, L, g, mg, K, °C etc.) und Tabellenfelder (Experimentabhängig)
4. Verlinkung zur anderen Messung/Experimenten sollte möglich sein da evtl. eine Reproduktion, folge Experiment etc.



Bisherige Datenerfassung – Experimenttabellen - Beispiele

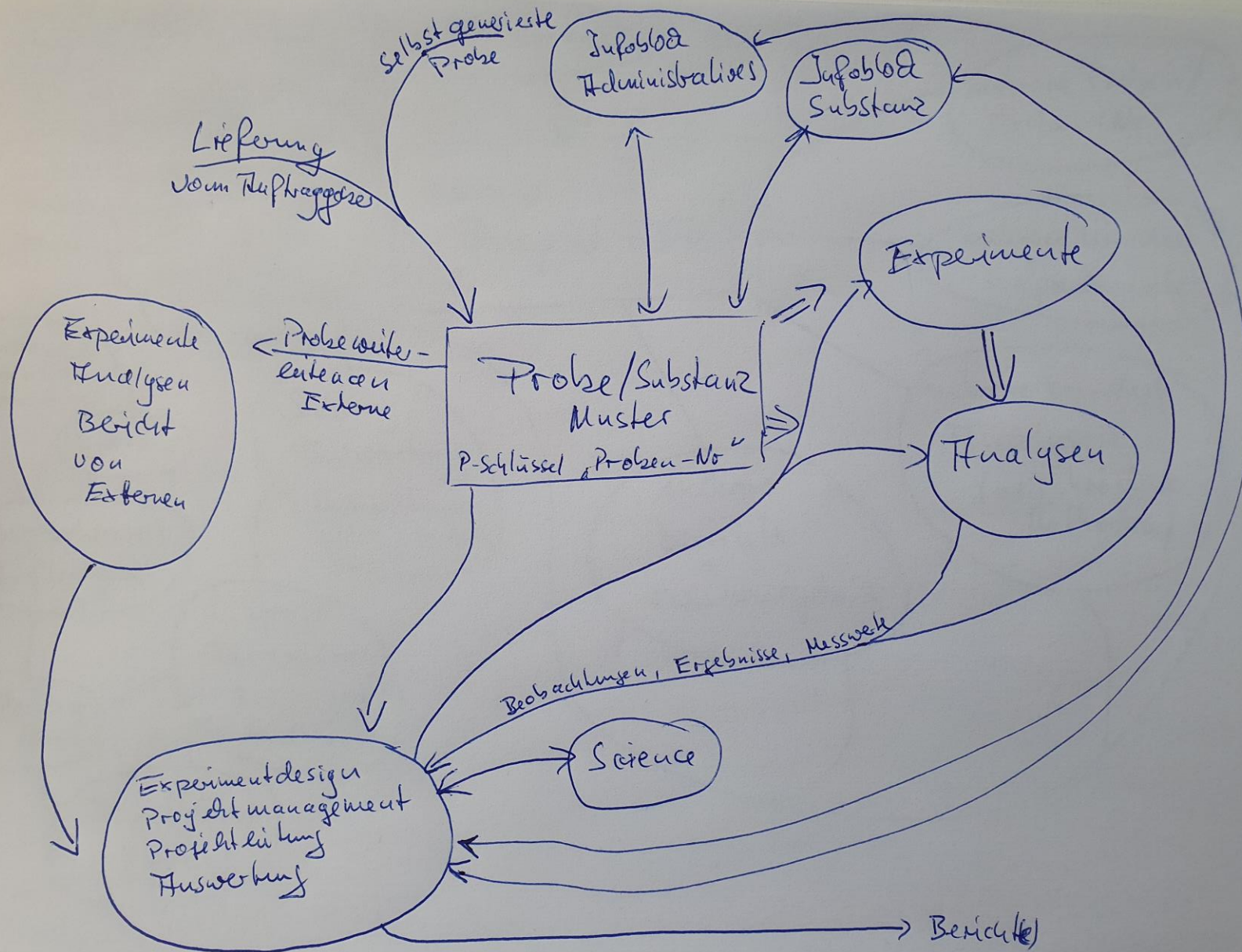
A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
Scale Up	Start	Typ	Anzahl	Exp-No	API	(mg)	(mg)	Bemerkung	PXRD – D2	Phasenanalyse		
Amorphe Phase		Grinding	1	1API001EXP140	Reste oder bay1API	500,0		120 min, 50 Hz				
Amorphe Phase		Grinding	2	1API001EXP141	Reste oder bay1API	500,0		120 min, 50 Hz				
Amorphe Phase		Grinding	1	1API001EXP142	Reste oder bay1API	500,0		120 min, 50 Hz				
					SOLL	IST		SOLL	IST			
Typ	Typ	Anzahl	Exp-No	API (kristallin)	(mg)	(mg)	Lösemittel	(mL)	(µL)	Temperatur	PXRD	Bemerkung
Siedetemperatur	Verdampfung	1	1API001EXP143	Reste oder bay1API	1500,0		Methanol	mind. 30		65 °C		schön lange refluxen lassen, dann langsam abkühlen mit Nadel in Septum, Septum auch auf Rückflusskühler später

			SOLL	IST				SOLL	IST																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																											
--	--	--	------	-----	--	--	--	------	-----	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Typ	Typ	Anzahl	Exp-No	API (kristallin)	SOLL (mg)	IST (mg)	Lösemittel (gemische)	SOLL (µL)	IST (µL)	Temperatur	PXRD
Siedetemperatur	Verdampfung	1	1API001EXP103	1API001EXP010R1	200,0	200,6	2,2,2-Trifluoroethanol	?	12000	78 °C	scNF0
Siedetemperatur	Verdampfung	2	1API001EXP104	1API001EXP010R1	200,0	198,7	Anisol/2-Picolin (95/5)	?	11000	154 °C/129 °C	scNF0
Siedetemperatur	Verdampfung	3	1API001EXP105	1API001EXP010R1	200,0	200,2	Methanol	?	11000	65 °C	scNF1&3
Verdampfung		4	1API001EXP106	1API001EXP010R1	200,0	204,3	2,2,2-Trifluoroethanol			RT	scNF0
Verdampfung		5	1API001EXP107	1API001EXP010R1	200,0	199,7	Anisol/2-Picolin (95/5)	?		50°C	scNF1 + X
Verdampfung		6	1API001EXP108	1API001EXP010R1	200,0	201,9	Methanol	?		RT	scNF1

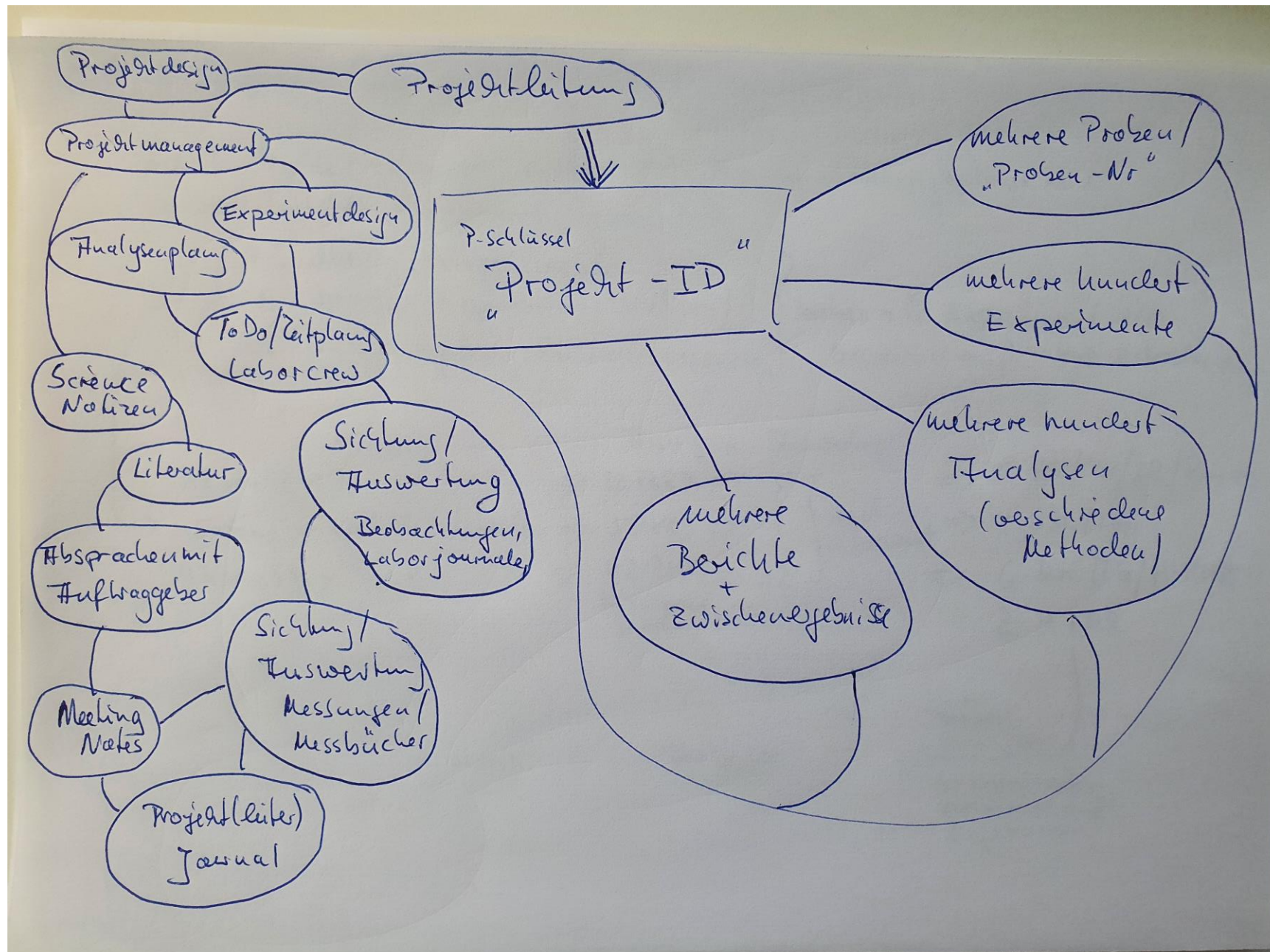


Zusammenhänge





Zusammenhänge

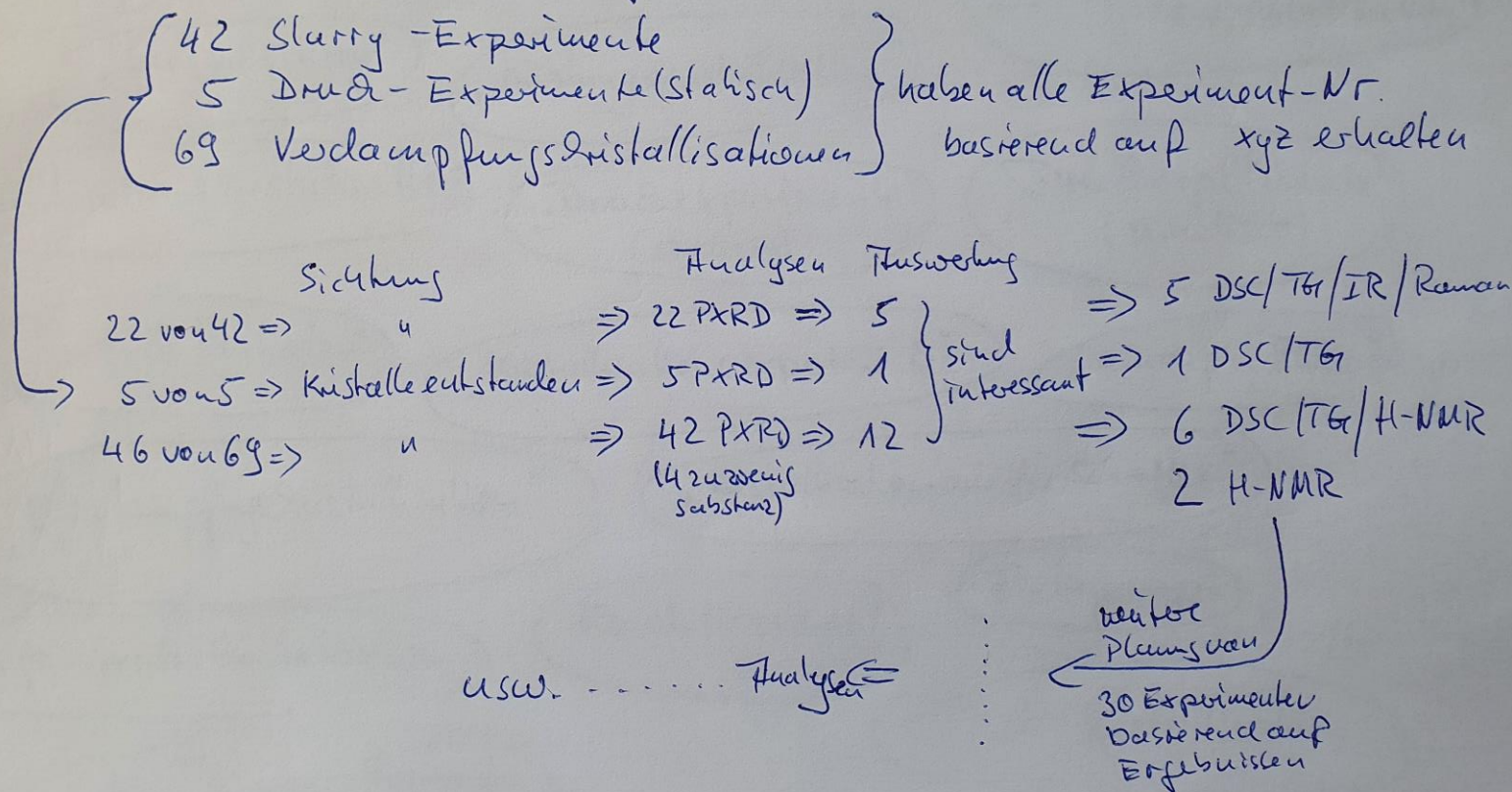




Zusammenhänge

Beispiel Experimentweg

Mit einer Probe (Proben-Nr: xyz) wird ein Experiment-Setup geplant mit unterschiedlichen Experiment-Typen, z.B.





Zusammenhänge

Experimente können ganz unterschiedlich sein!
Am häufigsten sind jedoch:

"Slurry"

"Langzeit slurry"

"Kühlungs Kristallisation"

"Gasdiffusions Kristallisation"

"Antisolvens Kristallisation"

"Dauereperimente"
(statisch)

"Druckexperimente"
(dynamisch)

"Spezielle Methoden"

"Kristallisations experimente"

"amorphe Phase"

"Verdampfungskristallisation"

"Kristallisation aus der Schmelze"

"Einlagerungen"

"Tiefemperatur Kristallisation"

"Konditionierung"

"Flash-Kristallisation"

"Temper-Methoden"



Zusammenhänge

Analysen können unterschiedlich
sein! Die häufigsten sind jedoch:

Intern

PXRD (BB+Kap.)
DSC / mDSC
TGA
Raman (mikrospekt.)
IR
KF
SLS
DLS
PLM
OMI
Röntgen
Bildanalyse
T-PXRD
Impedanzspektroskopie

Methoden

KPF
Röntgen
Bildanalyse
Fotodokumentation
Quantifizierung (spektroskopisch)
LOD-Bestimmung
Screenings

Extern (häufig)

REM/EDX
TOF-SIMS
DVS
H-NMR
¹³C-NMR
XPS
MS
ICP-OES o. MS
ss NMR
GC
BET
Raman (mikrospekt.)
T-PXRD
RFA
NIR
Zetapotential
SXRD
Elementaranalyse
Syndiotaxis
DMA
CARS
Kontaktwinkel



Mögliche Herangehensweise – Aufbau

- Darstellung als Tabellenform (z.B. alle Experimente)
- Suchfunktion nach diversen Parametern
- ...

