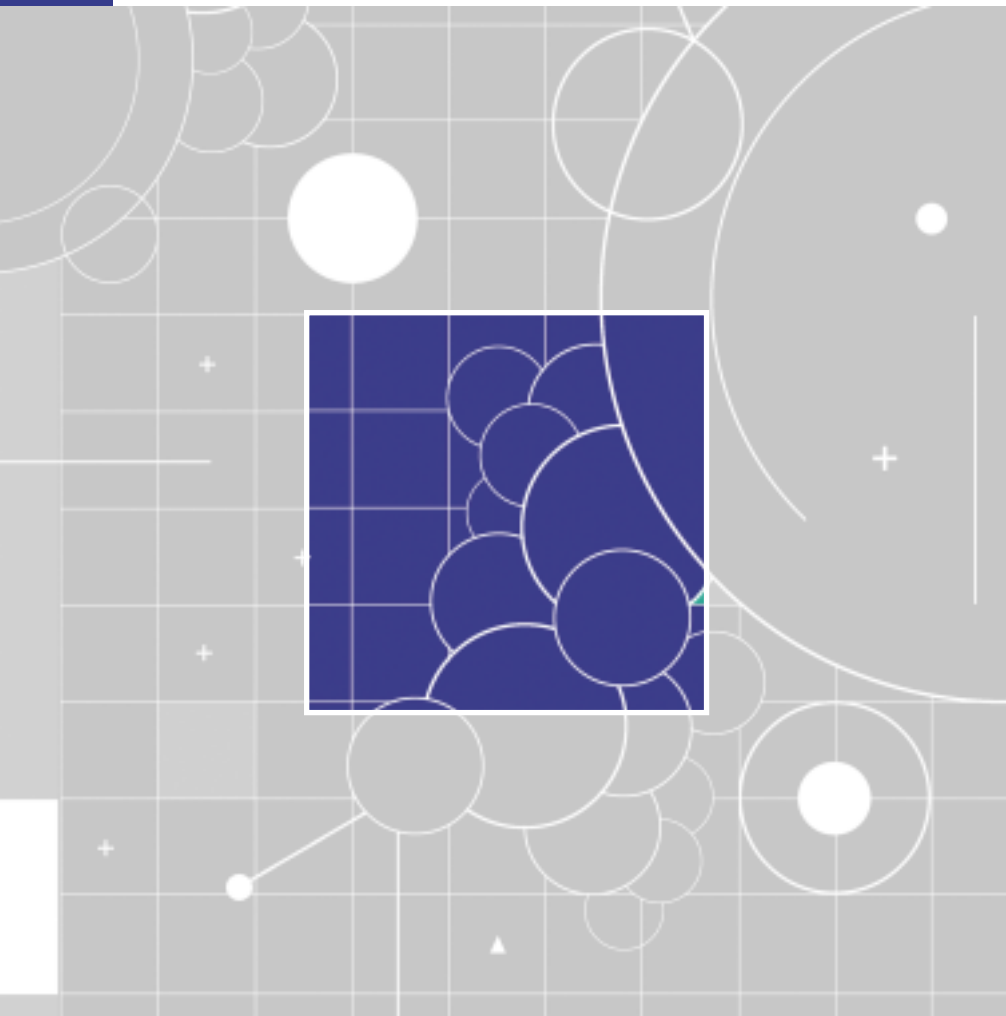


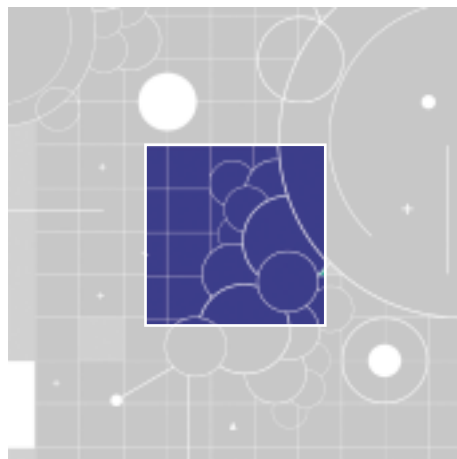


Fraunhofer Institut
Angewandte
Polymerforschung



Jahresbericht 2001

10 [a] 1992
2002



10 [a] 1992
2002

Fraunhofer Institut für
Angewandte Polymerforschung

Jahresbericht 2001

Vorwort

Risikomanagement durch Diversifizierung

Große Projekte sind auch häufig mit großen Risiken verbunden. So begann das Jahr 2001 unruhig, als einer unserer größten Kunden aus dem Anlagenbau kurzfristig aus innerbetrieblichen Gründen von einem Millionenauftrag zurücktrat. Zwar gelang es uns, dieses Risiko aufzufangen, aber es brachte uns doch an die Grenzen unserer finanziellen Belastbarkeit. Diversifizierung lautete in diesem Jahr die Erfolgsformel: Neben unseren Kompetenzen in der Materialentwicklung aus synthetischen und nachwachsenden Rohstoffen sowie der Entwicklung von »Specialty Chemicals« bauten wir unsere Aktivitäten in zwei Wachstumsbranchen aus: in der Medizin- und Biotechnologie sowie der Optik und Sensorik.

Kunststoff-Biochips und medizinische Nanopartikel

Die Dekodierung des menschlichen Genoms und zahlreiche Veranstaltungen im Jahr der Lebenswissenschaften verhalfen der Biotechnologie zu einer großen Medienpräsenz. In Berlin-Potsdam wächst schon seit einigen Jahren eine führenden Biotech-Region heran. Das Netzwerk Nutri-genomforschung gewann 2001 die BioProfil-Ausschreibung des BMBF. Neue Polymerstrukturen nach biologischem Vorbild eignen sich als maßgeschneiderte medizinische Wirkstoffträger, die Arzneien zur rechten Zeit zum rechten Ort bringen. Zusammen mit dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung wird eine Nachwuchsgruppe aufgebaut werden, die Grundlagenresultate auf diesem Gebiet bis zur Marktreife entwickelt. Biochips ste-

hen an der Schwelle zur Massenanwendung in Proteomik und Diagnostik. Dies wird sich langfristig nur mit Kunststoffen als Trägermaterial verwirklichen lassen. Unser Schwerpunktthema beschreibt in diesem Jahr daher unsere Aktivitäten im Bereich Life-Science.

Licht als Werkzeug

Das Photon wird das Elektron in der Informationstechnologie ablösen. Dazu werden Materialien benötigt, die Licht emittieren, leiten oder modulieren können. Diese Kompetenzen konnten mit der Integration der Arbeitsgruppe »Polymerphotochemie« deutlich erweitert werden. Ab Januar 2001 erweitert außerdem die Arbeitsgruppe »Chromogene Polymere« unser Leistungsspektrum um farbändernde Polymerfilme für Architektur und Sensorik.

Demonstrationszentrum im mitteldeutschen Chemiedreieck

Nach langen Verhandlungen war die Finanzierung eines Demonstrationszentrums in Schkopau auf dem Gelände des Dow-Olefinverbunds unter Dach und Fach. Damit werden wir als klassisches Chemie-Institut im wieder expandierenden mitteldeutschen Chemiedreieck einen Standort aufbauen können.

So sind alle Weichen gestellt für ein erfolgreiches kommendes Jahr. Dafür danken wir allen Kunden, Mitarbeitern, Freunden und Förderern.



Ulrich Buller, Golm im Februar 2002.



Institutleiter Dr. Ulrich Buller.

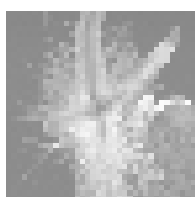
Inhaltsverzeichnis

Das Institut



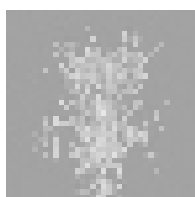
Organigramm des Instituts	10
Produkt- und Leistungsangebot der Forschungsbereiche	11
Laboraausstattung	16
Kuratorium	18
Das Institut in Zahlen	19
10 Jahre Fraunhofer IAP — Veranstaltungen 2002	20
Fraunhofer Forschung 2001	21

Life Science



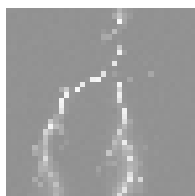
Biochips aus Plastik	24
Funktionale Lebensmittel	25
Mikrocarrier und Blutreinigung	26
Polymere Nanopartikel in der Medizin	26

Native Polymere



Nachwachsende Rohstoffe — Cellulose	30
Nachwachsende Rohstoffe — Stärke	32
Neue Verfahren zur Herstellung von Celluloseethern	34
Elektronenmikroskopische Präparation	36
Neue Technologien für Cellulosewursthüllen	38
Herstellungsverfahren für Stärke-Folien	40
Analytik von Stärke-Derivaten	42

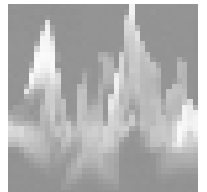
Funktionale Polymersysteme



Optische und elektrische Bauelemente	46
Beschichtungen und Oberflächen	48
Anti-Bakterielle Beschichtungen	50
Sonnenschutz für Holz	52
Tiefrote organische Leuchtdioden, OLEDs	54
Licht als Werkzeug	56

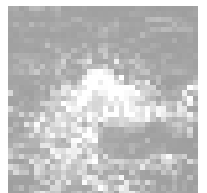
Synthese- und Polymertechnik

Verfahrenstechnik und Synthese	60
Mikrokapseln als Lösung von Verarbeitungsproblemen	62
Poly-L-milchsäure: Verfahrens- und Materialoptimierung	64
Verfahren für effizientes Materialtailoring	66
Brandschutzausrüstung von Kunststoffen	68



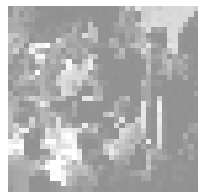
Wasserbasierende Polymersysteme

Polymere aus dem Wasser	72
Neue Polyelektrolyt-Strukturen	75
Medizinische Wirkstoffträger im Nanometerbereich	78
Per Blutkreislauf zum Zielorgan	80
Nassfeste Stärkedispersionen	82

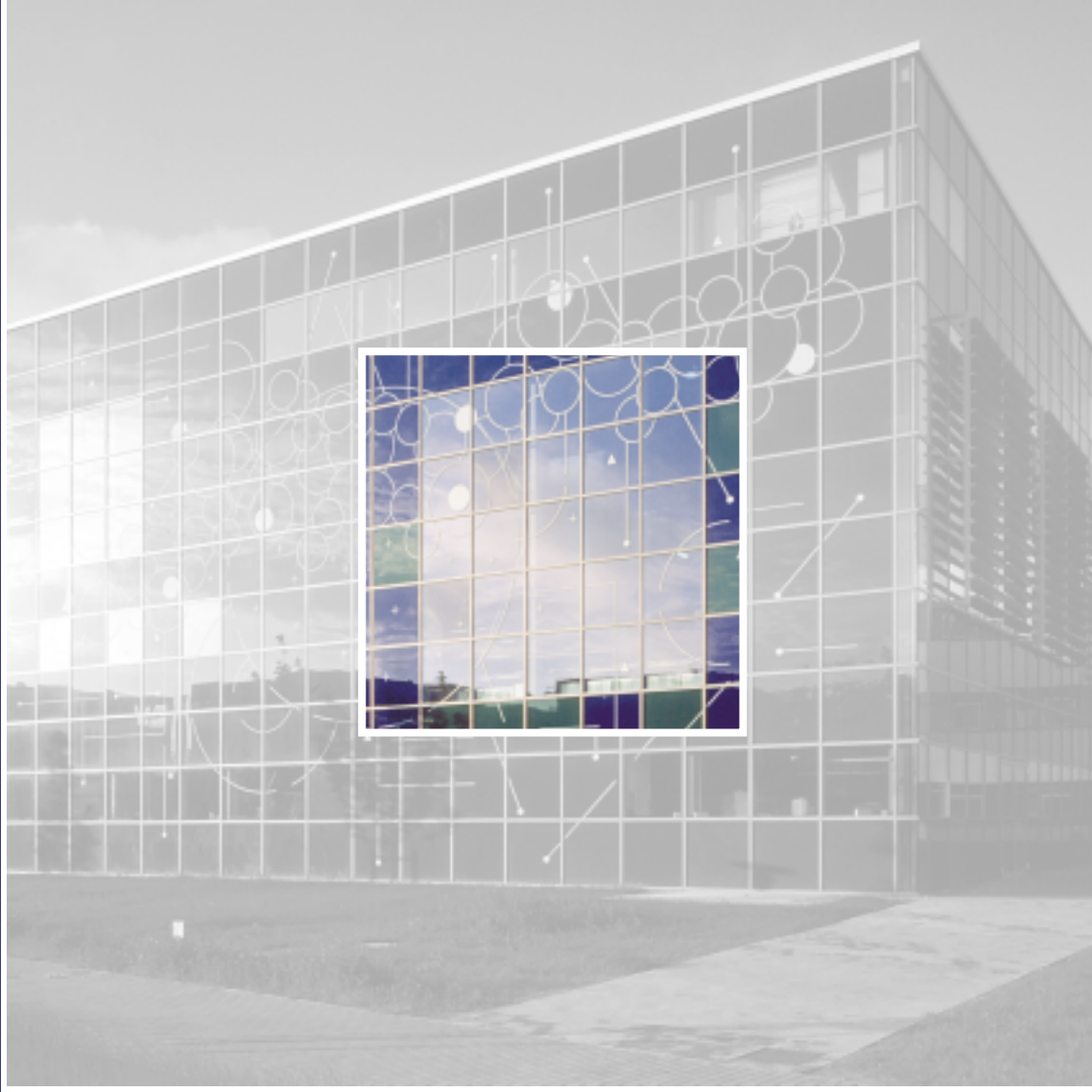
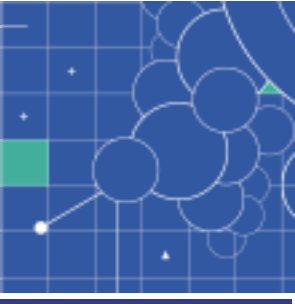


Namen, Daten, Ereignisse

Gemeinschaftsprojekt »Die lebende Zelle«	86
Wissenschaftspark Golm — Vom Mikrokosmos zum Weltall	88
Messebeteiligungen 2001	90
Promotionen	92
Wissenschaftliche Zusammenarbeit	94
Publikationen und Präsentationen	96
Patente	101



Das Institut



Das Institut

Organigramm des Instituts

Produkt- und Leistungsangebot der Forschungsbereiche

Laboraausstattung

Kuratorium

Institut in Zahlen

10 Jahre Fraunhofer — Veranstaltungen 2002

Fraunhofer Forschung 2001

Life Science

Native Polymere

Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse



Organigramm des Institutes

Stand 01.01.2002



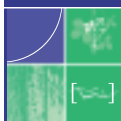
Fraunhofer-Institut
für Angewandte Polymerforschung



Dr. Ulrich Buller
Institutsleiter



Dipl.-Ing. Jürgen Köhler
Verwaltungsleiter



Forschungsbereich
Native Polymere



Dr. habil. Hans-Peter Fink
Leiter des Forschungsbereiches



Dr. Fritz Loth
Cellulose



Dr. Waltraud Vorweg
Stärke/Molekulare Eigenschaften



Dr. Peter Weigel
Processing



Dr. habil. Hans-Peter Fink
Strukturcharakterisierung



Forschungsbereich
Funktionale Polymersysteme



Dr. Ulrich Buller
Leiter des Forschungsbereiches



Dr. habil. Rudi Danz
Physikalisch aktive Polymere



Dr. Andreas Holländer
Oberflächen



Dr. Silvia Janietz
Dr. Armin Wedel
Polymere und Elektronik



Dr. habil. Joachim Stumpe
Polymerphotochemie



Dr. Arno Seeboth
Chromogene Polymere



Forschungsbereich
Synthese- und Polymertechnik



Dr. habil. Gerald Rafler
Leiter des Forschungsbereiches



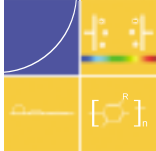
Forschungsbereich
Wasserbasierende Polymersysteme



Prof. Dr. André Laschewsky
Leiter des Forschungsbereiches



Dr. habil. Werner Jaeger
Leiter des Forschungsbereiches



Forschungsbereich Funktionale Polymersysteme

Polymere Bauelemente

Materialsynthese und Verarbeitung Funktionaler Polymersysteme

- halbleitende Polymere
- elektrolumineszierende Polymere
- photolumineszierende Polymere
- photochrome Polymere
- piezoelektrische Polymere
- flüssigkristalline Polymere

Polymerphotochemie

- Laserphotochemie
- Grenzflächenphotochemie
- Supramolekulare Photochemie
- Lichtinduzierte Orientierung
- Photoalignment

Optische Bauelemente

- Leuchtdioden
- Displays
- Laserstäbe für die Messtechnik
- spektrale Lichtwandler
- Lichtsender und -empfänger
- holographische Bauelemente
- anisotrope Bauelemente
- optische Datenspeicher

Elektronische Bauteile

- Feldeffekt- und bipolare Transistoren
- Schaltkreise
- Dioden
- Flüssigkristalldisplays

Sensoren und Druckwandler

- Piezoelektrische Sensoren für die Umform- und Drucktechnik sowie Strömungsmessungen
- Polymere Elektrete für Wandler und Aktoren
- 3D-Phasengitter für Abstandssensorik

Oberflächentechnik

Kopplung von biologisch aktiven Substanzen auf polymere Oberflächen

- Diagnosekits z. B. für Salmonellentest
- Biozide Oberflächen für Folien oder Textilien

Hydrophile oder hydrophobe Oberflächen

- wasserabweisende Textilien
- Präparation von Textilien für die Färbung
- medizinische Objektträger für Blutserum

Klebstofffreies Verbinden

- Verbinden von Kunststoffteilen in der Mikrofluidik und Mikrooptik

Ultrabarrieren

- für flexible Displays
- für Lebensmittelverpackungen

Funktionale Beschichtungen

- Photobiozide Beschichtungen für den Holzschutz
- Fluoreszenzschichten für die Sensortechnik
- UV-stabile Holzbeschichtungen
- Orientierungsschichten für Flüssigkristalle

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Funktionale Polymersysteme
Dr. Ulrich Buller
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-11 12
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-31 10
E-Mail: buller@iap.fraunhofer.de

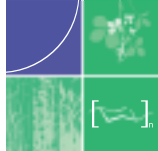
Abteilung:
Physikalisch aktive Polymere
Dr. habil. Rudi Danz
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-19 15
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-39 15
E-Mail: danz@iap.fraunhofer.de

Arbeitsgruppen:
Oberflächen
Dr. Andreas Holländer
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-14 04
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: hollander@iap.fraunhofer.de

Polymere und Elektronik
Dr. Armin Wedel, Dr. Silvia Janietz
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-19 10
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-39 10
E-Mail: wedel@iap.fraunhofer.de

Polymerphotochemie
PD Dr. habil. Joachim Stumpe
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 59
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-32 59
E-Mail: stumpe@iap.fraunhofer.de

Chromogene Polymere
Dr. Arno Seeboth
Telefon: +49 (0) 30 / 63 92 42 58
Fax: +49 (0) 30 / 63 92 20 65
E-Mail: seeboth@iap.fraunhofer.de



Forschungsbereich Native Polymere

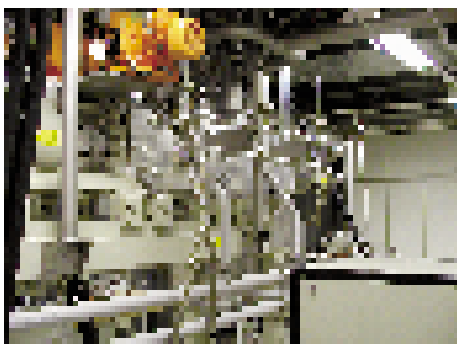


Celluloseprodukte

- Bioabbaubare Hochabsorber für Hygieneartikel und Kosmetik
- Blutverträgliche oder gerinnungsfördernde Additive und Beschichtungen für die Medizin
- Biokompatible Symplex-Kapseln für Biotechnologie und Pharmazie
- Symplex-Membranen für destillationsfreie Lösungsmitteltrennung in der chemischen Industrie und der Lebensmittelindustrie
- Fibride und Filterhilfsmittel
- Flockungsmittel für Papierindustrie, Wasser- und Abwasserreinigung, Schlammwässerung und -verdickung
- Viskositätsregulatoren und Dispersionsstabilisatoren für Kosmetik-, Lebensmittel-, Farb-, Baustoffindustrie sowie die chemische Industrie
- Klebemittel für Holzfaserplatten
- Selektive Trägersysteme und Trennmaterien, beispielsweise zur Blutentgiftung für Pharmazie und Medizin

Verfahrensentwicklung

- Neue Syntheseverfahren wie lösliche Cellulosecarbamate zur Verformung
- Optimierung von Synthesen
- Up-scaling bis zum 50 l-Maßstab für Heterophasen-Reaktionen
- Erforschung neuer Synthesewege



Stärkeprodukte

- Flockungsmittel zur Abwasserreinigung und Schlammwässerung
- Papierhilfsmittel in der Masse- und Oberflächenleimung sowie als Beschichtungsmittel bzw. zur Laminierung von Papier
- Komponente für Materialien und Komposite
- Schlichtungsmittel für Textilien und zur Verbesserung der Textilbedruckbarkeit
- umweltfreundlicher Klebstoff für Papiermaterialien
- Bindemittel für Gips-Karton und Mineralfaserplatten
- Baustoffzusatz für Beton, Putze und Platten
- Stärkederivate in Kosmetik, Wasch- und Reinigungsmitteln
- Granulier-Agglomerier-Brikettier-Hilfsmittel
- Komponente in Dispersionsklebstoffen
- funktioneller Lebensmittelzusatzstoff: Dickungsmittel, Bindemittel und Gelbildner
- Modifizierung für Mikroverkapselung
- vernetzte Stärke
- Pharmaindustrie: Tablettierhilfsmittel, Mikroverkapselung
- Stärkederivate zur Folienherstellung

Verfahrensentwicklung

- Enzymatische Modifizierung: Entwicklung von Produkten mit funktionellen Eigenschaften
- Chemische Derivatisierung: Zusammenhänge zwischen Stärkerohstoff, Verfahrensbedingungen und Endprodukteigenschaften
- Molekulare und rheologische Eigenschaften von Stärkeprodukten
- Extrusion von Stärke

Verfahrenstechnik und Know-how zur Materialherstellung

Spinn- und Verformungsprozesse nach dem Viskoseverfahren

- Filamentgarne und Stapelfasern
- Hohlfasermembranen für die Blutentgiftung
- Folien und Schläuche
- Eignungstest von Zellstoffen

Spinn- und Verformungsprozesse nach dem Carbamatverfahren

- Filamentgarne und Stapelfasern

Spinnen und Verformung aus NMMO-Lösungen (Lyocellverfahren)

- Blasfolien und Schläuche
- Faserstoffe durch Spinnen

Verformung durch Fällen im Scherungsfeld

- Trenn- und Trägermaterialien
- Adsorbentien
- Fibride

Thermoplastische Verformung und Verbundmaterialien

- Compoundierung von Kompositmaterialien
- Natur- und Regeneratfaser verstärkte Thermoplaste
- Biokomposite

Cellulosische Verstärkungsfasern

- Naturfasern
- Mercerisierung von Naturfasern
- Celluloseregeneratfasern

Materialcharakterisierung und -prüfung

- Charakterisierung und Beurteilung von Polymeren aus nachwachsenden Rohstoffen
- Einsatzorientierte Prüfung
- Charakterisierung von Polymerlösungen
- Materialprüfung von Fasern, Folien und Formkörpern im akkreditierten Prüflabor
- Chemisch-physikalische Charakterisierung von Polymeren
- Charakterisierung der Morphologie und der übermolekularen Struktur von Polymeren
- Feststellung und Bewertung des Zusammenhangs zwischen Herstellungsbedingungen, mechanischen Eigenschaften und der Struktur
- Bestimmung des Stofftransportes und der Trenneigenschaften von Membranen und Trägermaterialien

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Native Polymere
Dr. habil. Hans-Peter Fink
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-18 15
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-38 15
E-Mail: fink@iap.fraunhofer.de

Abteilungen:
Cellulose
Dr. Fritz Loth
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-15 20
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-35 20
E-Mail: loth@iap.fraunhofer.de

Stärke/Molekulare Eigenschaften
Dr. Waltraud Vorwerg
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-16 09
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-31 63
E-Mail: vorwerg@iap.fraunhofer.de

Processing
Dr. Peter Weigel
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-17 07
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-31 16
E-Mail: weigel@iap.fraunhofer.de

Strukturcharakterisierung
Dr. habil. Hans-Peter Fink
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-18 15
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-38 15
E-Mail: fink@iap.fraunhofer.de



Forschungsbereich Synthese- und Polymertechnik

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Synthese- und Polymertechnik
Dr. habil. Gerald Rafler
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 22
Fax: +49 (0) 331/56 8-32 13
E-Mail: rafler@iap.fraunhofer.de

Polymere Werkstoffe und Verarbeitungstechniken

Thermoplastische Verformung und Verarbeitungstechniken

- Compoundieren von Kompositmaterialien
- Faserverstärkte Thermoplaste
- Biokomposite

Polymersynthesen

- Polykondensation (linearkettig und Netzwerkpolymere)
- Copolykondensation (statistisch, nichtstatistisch)
- Polymerisation (C- und Heterokettenpolymere)

Reaktive und nichtreaktive Compoundierung

- Füll- und Verstärkungsmaterialien
- Interpenetrating Polymer Networks (IPN)
- Mikrokomposite

Verformung

- Extrusion
- Spritzguss
- Pressen
- Folienherstellung
- Faserherstellung

Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Additiven

Schutz des Wirkstoffs vor der Umgebung

- Medikamente und Futterstoffe im sauren Magen

Schutz der Umgebung vor dem Wirkstoff

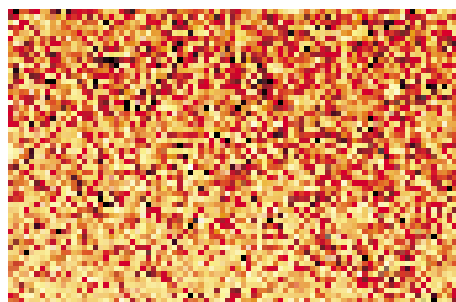
- Flammschutzmittel

Einbetten von Wirkstoffen in ein unverträgliches Material

- in galvanische Schichten
- in Thermoplaste
- in Gummi

Kontrollierte Wirkstoffabgabe über einen definierten Zeitraum (controlled release)

- Zwei-Komponenten-Kleber
- Verklebung von Schrauben unter Druck
- dosierte Medizinabgabe im Körper (Depotmedikamente)
- dosierte Freisetzung von Pflanzenschutzmitteln





Forschungsbereich Wasserbasierende Polymersysteme

Wasserlösliche Polymere

Ausgewählte Anwendungen

- Prozesshilfsmittel für Trennprozesse
- Temporäre und leitfähige Schichten
- Zusatzstoffe in Kosmetika und Pharmazeutika
- Solubilisatoren und Dispersionsstabilisatoren
- Viskositätsregulierung
- Schwermetall-Immobilisierung

Neue Synthesen

- Dispersionspolymerisation im wässrigen Medium
- Pfcopolymerisation in inverser Emulsion
- Polymerisation nach kontrollierten Mechanismen
- Modifizierung reaktiver Precursorpolymere

Definierte Molekülarchitekturen

- Polyelektrolyte mit gezielt eingestellter Ladungsdichte, Ladungsstärke, variablem Verhältnis hydrophiler und hydrophober Anteile
- Amphiphile Blockcopolymere
- Polymere Tenside
- Polyelektrolyte mit alternierenden Ladungen (Pfcopf-, Kammstruktur)
- Polymere Betaine
- Reversible und irreversible Gele
- Ionomere

Dispersionen und Kolloide

Spezialdispersionen

- maßgeschneiderte Partikelgrößen und -verteilungen im Nano- und Mikrometerbereich
- Einstellung von Partikelmorphologien, Funktionalität, Reaktivität
- Steuerung der Viskosität, Lagerstabilität und des Filmbildungsverhaltens für Beschichtungen

Modellkolloide

- Oberflächenpräparation als Träger von Biomolekülen für die medizinische Diagnose und die gezielte Wirkstofffreisetzung
- Farb-, Fluoreszenz- oder magnetische Markierung für medizinische Therapien
- Aufbau zwei- und dreidimensionaler Gitter aus Polymerkolloiden einheitlicher Größe als optische Sensorelemente (z. B. für Farberkennung, Abstandsmessung)

Synthesen

- Emulsions- und Dispersionspolymerisation in wässrigen und inversen Systemen

Komplexe chemische Analyse

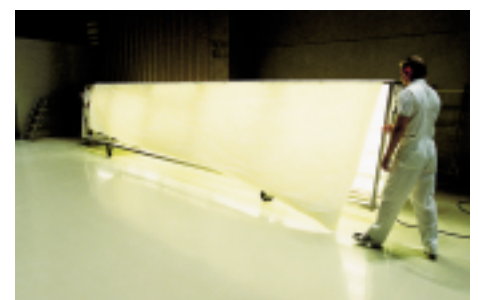
Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Wasserbasierende Polymersysteme
Prof. Dr. André Laschewsky
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-13 27
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: laschewsky@iap.fraunhofer.de



Forschungsbereichsleiter
Dr. habil. Werner Jaeger
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-13 18
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: jaeger@iap.fraunhofer.de





Laborausstattung

Analytik

Chemische Analyse

- On-line IR-Spektroskopie
- Elementaranalyse (C,H,N,S,O)
- Induktiv gekoppeltes Plasma optischer Emissionsspektrometer
- Nasschemische Methoden
- Gaschromatographie
- Ionenchromatographie
- High Performance Liquid Chromatographie (HPLC)
- Geräte zur Umweltanalytik
- Massenspektroskopie

Physikalisch-chemische Charakterisierung von Polymerlösungen

- Elektrochemische Charakterisierung
- Oszillationsrheologie (Speicher- und Verlustmodul, Netzwerkbildung)
- Fließverhalten von Lösungen und Schmelzen
- Mittlere Molmasse und Molmassenverteilung, Trägheitsradius, 2. Virialkoeffizient, osmotischer Modul, Sedimentationskoeffizient, Diffusionskoeffizient in wässrigen und organischen Lösungsmitteln, (kalibrierte GPC, HP-GPC-MALLS, Membranosmometer, Ultrazentrifuge, Feldflussfraktionierung-MALLS, statische Lichtstreuung)
- Präparative Molmassenfraktionierung

Strukturanalyse von Lösungen und Festkörpern

- Messplatz zur Bestimmung von Porengrößenverteilungen und Oberflächen poröser Festkörper (Quecksilber, Stickstoff, Wasserdampf)
- Automatisches Wasserdampfsorptionsmessgerät
- Mikroskopierplatz mit Videoaufzeichnung
- Röntgenbeugungsmethoden (Klein- und Weitwinkelstreuung)
- Elektronenmikroskopie (TEM, REM, EDX)
- NMR-Spektroskopie (400 und 500 MHz)
- Fluoreszenz-Spektrometer (Spex Fluorolog)
- FTIR-, UV-VIS- und Fluoreszenz-Dioden-Array-Spektroskopie
- Oberflächenanalyse (ESCA)
- Atomic-Force-Mikroskopie
- Fluoreszenzmikroskopie mit CCD (charge coupled device) Kamera
- Automatisches Kontaktwinkelmesssystem (Krüss G1/G40)
- Thermische Analyse
- Reaktionskalorimetrie
- Schmelzindexbestimmung

Geräte zur physikalischen Charakterisierung

- Messplatz zur Piezoelektrizität
- Messplätze für nichtlineare optische Eigenschaften
- Elektrolumineszenz-Messplatz
- Spektroskopisches Ellipsometer
- Ellipsometer
- Lasertechnik
- Potentialmesstechnik
- Laser-Bestrahlungsstände
- UV-Vis, Fluoreszenz und FTIR Spektrometer
- UV-Vis und FTIR Mikroskop-Spektrometer
- Polarisationspektrometrie
- Kippkompensator
- Wellenleiter-Plasmonen Spektrometer

Mechanische Prüfung (Akkreditiertes Prüflabor)

- Bestimmung der Kennwerte Zug-, Biege- und Weiterreissfestigkeit
- Zug- und Biegemodul
- Brucharbeit
- Schälkraft
- Reibungskoeffizient
- Abrieb
- Härte und Schlagzähigkeit
- Standzeiten unter verschiedenen Dauer- oder Wechselbeanspruchungen



Polymersynthese und -derivatisierung

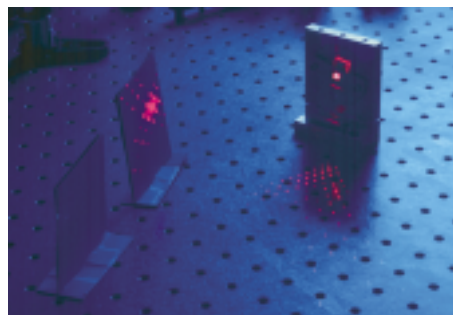
- Labor- und kleintechnische Apparaturen zur Polymersynthese durch Schmelzpolykondensation, Masse-, Emulsions- und Lösungspolymerisation sowie für polymeranaloge Umsetzungen
- Explosionsgeschützter 50 l-Reaktor zur heterogenen Modifizierung von Cellulose und Stärke
- Apparatur zur UV-Vernetzung und UV-Stabilität
- Laborautoklaven

Modifizierung von Oberflächen und Filmen

- Anlagen zur Oberflächenmodifizierung von Polymeren mit Niederdruck-, Atmosphärendruckplasma und VUV-Strahlung
- Elektrische Polarisierungs- und Bedampfungstechniken
- Sprüh- und Spin-coater
- Holographischer Arbeitsplatz
- Aufbau zur laserinduzierten Anisotropie
- Ar⁺-Laser
- Kr⁺-Laser
- Diodengepumpter Festkörperlaser
- HeCd-Laser
- HeNe-Laser
- Hochdruck-Xenon- und Quecksilber-Lampen
- Reinraum (Klasse 100 und 1000)

Polymerverarbeitung

- Verarbeitung von Polymeren und Polymerlösungen
- Einrichtungen zur kleintechnischen Herstellung und Verformung thermoplastischer Kunststoffe
- Nassspintechnik für Viskose, Carbamat
- Lyocelltechnologie für Fasern und Folien
- Technika zur Herstellung dünner Polymerschichten
- Messextruder mit diversen Verformungswerkzeugen
- Technikums-Sprühtrockner
- Gefriertrocknungsanlagen
- Wirbelschichttrockner
- Jet-Kocher
- Mikrowellenreaktor
- Ultrafiltrationsanlagen





Kuratorium

Mitglieder des Kuratoriums

Das Kuratorium berät und unterstützt die Organe der Fraunhofer-Gesellschaft sowie die Institutsleitung. Mitglieder des Kuratoriums im Berichtszeitraum waren:

Herr Dr. R. Müller-Mall
BASF AG, Ludwigshafen,
Vorsitzender des Kuratoriums

Herr Prof. Dr. W. Arlt
Loxstedt

Herr Prof. Dr. G. Hinrichsen
SciTrans, Berlin

Herr Dr. B. Hunger
Bundesministerium
für Bildung und Forschung, Bonn

Herr J. Krüger
EBK Elektronische Baugruppen
und Komponenten Krüger GmbH,
Teltow

Herr Dr.-Ing. P. J. Koepff
GELINOVA GmbH, Heidelberg

Herr Prof. Dr. G. Koßmehl
Berlin

Herr Prof. Dr. J. Kurths
Universität Potsdam

Herr Prof. Dr. M. G. Lindhauer
Bundesanstalt für Getreide-,
Kartoffel-, und Fettforschung,
Institut für Getreide, Kartoffel-
und Stärketechnologie, Detmold

Herr Prof. Dr. R. Mitzner
Potsdam

Herr Prof. Dr. H. Möhwald
Max-Planck-Institut für Kolloid-
und Grenzflächenforschung, Golm

Herr Dr. T. Müller-Kirschbaum
Henkel KGaA, Düsseldorf

Herr Dr. K. Nachtkamp
Wolff Cellulosics GmbH & Co. KG,
Walsrode

Herr F. Nowak
Ministerium für Wissenschaft,
Forschung und Kultur
des Landes Brandenburg, Potsdam

Frau Dr. B. Reiche
Kunststoffzeugnisse Helmut Schulze
hesco & Co GmbH, Luckenwalde

Herr Prof. Dr. A.-D. Schlüter
Freie Universität Berlin

Herr A. Strijdonck
DOW Europe Holding S.A.,
Horgen, Schweiz

Herr Dr. A. Schütte
Fachagentur Nachwachsende
Rohstoffe, Gülzow

Herr Prof. Dr. K. P. Schulze
ZAB Zukunftsagentur Brandenburg,
Potsdam

Herr Dr. G. H. Vitzthum
Acordis Research GmbH,
Obernburg



Das Institut in Zahlen

Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt betrug im Jahr 2001 etwa € 7,8 Mio. Gegenüber dem Vorjahr stieg er um € 0,5 Mio.

Ertragsstruktur

Die Wirtschaftserträge im Jahr 2001 betragen € 2,19 Mio. Das entspricht 28 % des Betriebshaushaltes. Die Erträge setzen sich wie folgt zusammen (in Mio €):

Wirtschaftserträge	2,19
Forschungsförderung DFG	0,21
Vertragsforschung BMVEL/FNR	0,61
Vertragsforschung BMBF	0,89
Vertragsforschung BMWi	0,41
Vertragsforschung EU und andere öffentliche Auftraggeber	0,24
sonstige Erträge	0,03
Grundfinanzierung	2,6

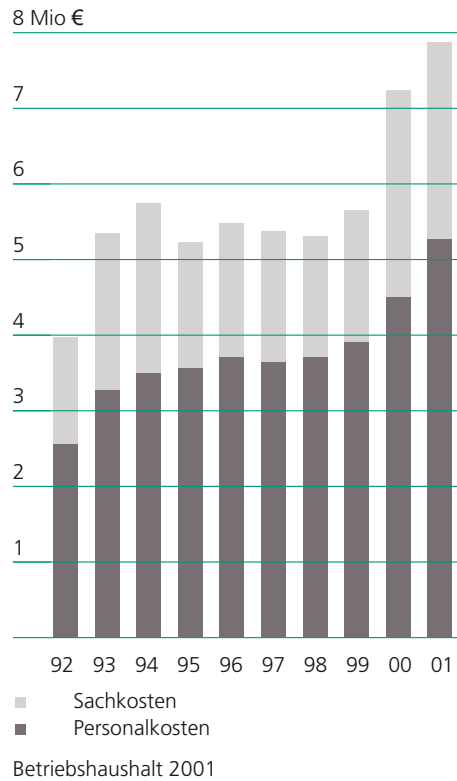
Investitionshaushalt

Erträge Investition aus FuE	0,06
Institutionelle Förderung	0,45

Mitarbeiterentwicklung

Ende 2001 waren am Fraunhofer IAP insgesamt 125 Personen beschäftigt.

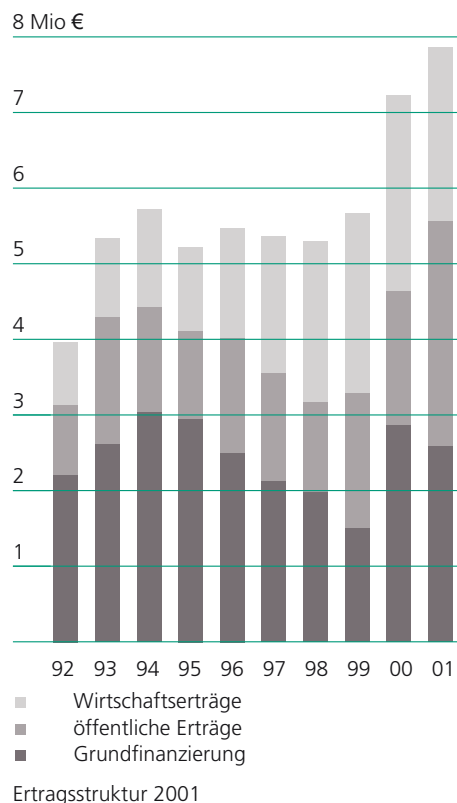
Stammpersonal	99
davon	
wissenschaftliche Mitarbeiter	56
technische Mitarbeiter	34
Verwaltung	9
Nachwuchs	26
davon	
Doktoranden	8
Auszubildende	9
Hilfskräfte	8



Kontakt



Verwaltungsleiter
 Dipl.-Ing. Jürgen Koehler
 Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-11 14
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
 E-Mail: koehler@iap.fraunhofer.de





10 Jahre Fraunhofer-Institute in den neuen Bundesländern

10 [a] 1992
2002



Forschungsstandort Teltow-Seehof.



Wissenschaftspark Golm.

Erfolg im Osten

Am 1. Januar 1992 bekamen 1000 Menschen aus den neuen Bundesländern einen neuen, sicheren Arbeitsplatz — bei der Fraunhofer-Gesellschaft. Insgesamt 19 Fraunhofer-Einrichtungen entstanden damals in den neuen Bundesländern. Aus »Bruchstücken« einer sich auflösenden Forschungslandschaft wurden inzwischen leistungsfähige und hochmoderne Kompetenzzentren, die sich im internationalen Wettbewerb behaupten und zu Hoffnungsträgern ihrer Regionen geworden sind. Heute haben dort mit 2300 Mitarbeitern mehr als doppelt so viele Menschen als damals Beschäftigung.

Fraunhofer IAP als Chemiekompetenzzentrum der neuen Bundesländer

Das Fraunhofer IAP ist eines der wissenschaftlichen Nachfolger des Instituts für Polymerchemie der Akademie der Wissenschaften der DDR. Dieser Wechsel gelang vor 10 Jahren reibungslos dank optimaler Zusammenarbeit von Wissenschaftlern aus Ost und West. Professor Burkart Philipp — damaliger Leiter des Akademie-Instituts — gelang eine beispiellose Aufteilung des renommierten Standorts mit 400 Mitarbeitern in mehrere Forschungsgesellschaften ohne betriebliche Kündigungen. Die Fraunhofer Gesellschaft war seit dem ersten Besuch im Juli 1990 ein wichtiger Partner. Professor Heinz Zimmermann integrierte die angewandte Forschung in Teltow erfolgreich in das Fraunhofer-Modell und leitete das Fraunhofer IAP als erster Direktor.

Jubiläums-Symposium Polymerforschung in Golm

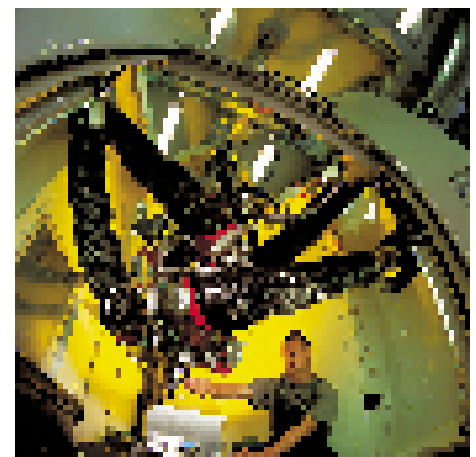
Den Erfolg der vergangenen zehn Jahre verdanken wir auch unseren Kunden, Freunden und Förderern. Das muss gefeiert werden! Zu einem guten Start ins zweite Jahrzehnt laden wir unsere Partner zu einem zweitägigen Symposium ein. Am Mittwoch, den 26. Juni 2002 — nach einem kleinen Imbiss zu Mittag — werden die vielfältigen Facetten der Materialforschung und -optimierung aus natürlichen und synthetischen Polymeren beleuchtet. Herr Professor Glasser, Virginia Polytechnic Institute and State University, wird den aktuellen Stand der Entwicklung von Compositmaterialien erläutern. Frau Gross, Firma Schill und Seilacher, als erfolgreiche Unternehmerin für Kunststoffadditive gibt Einblicke in die Forschung mittelständischer Unternehmen in Zusammenarbeit mit außeruniversitären Forschungseinrichtungen. Der hoffentlich laue Sommerabend soll dann auf unserer Seeterrasse beim Buffet ausklingen. Außerdem laden wir herzlich zu einem kleinen Orgel-Konzert in der historischen Golmer Kirche ein. Der anschließende Donnerstag Vormittag bietet Vorträge zum Thema Polymerdispersionen in wässriger Lösung mit einer Einführung von Herrn Professor Hansen von der Universität Oslo. Seit Anfang der 90er Jahre erobern Polymere als aktive Komponenten zunehmend die Optik, Elektronik Sensorik. Herr Professor Gerhart-Multhaupt, Universität Potsdam stellt die neuesten Entwicklungen dar. Wir würden und freuen, Sie am 26. und 27. Juni in Golm begrüßen zu können. Nähere Informationen und das detaillierte Programm erhalten Sie unter: info@iap.fraunhofer.de.

Fraunhofer Forschung 2001

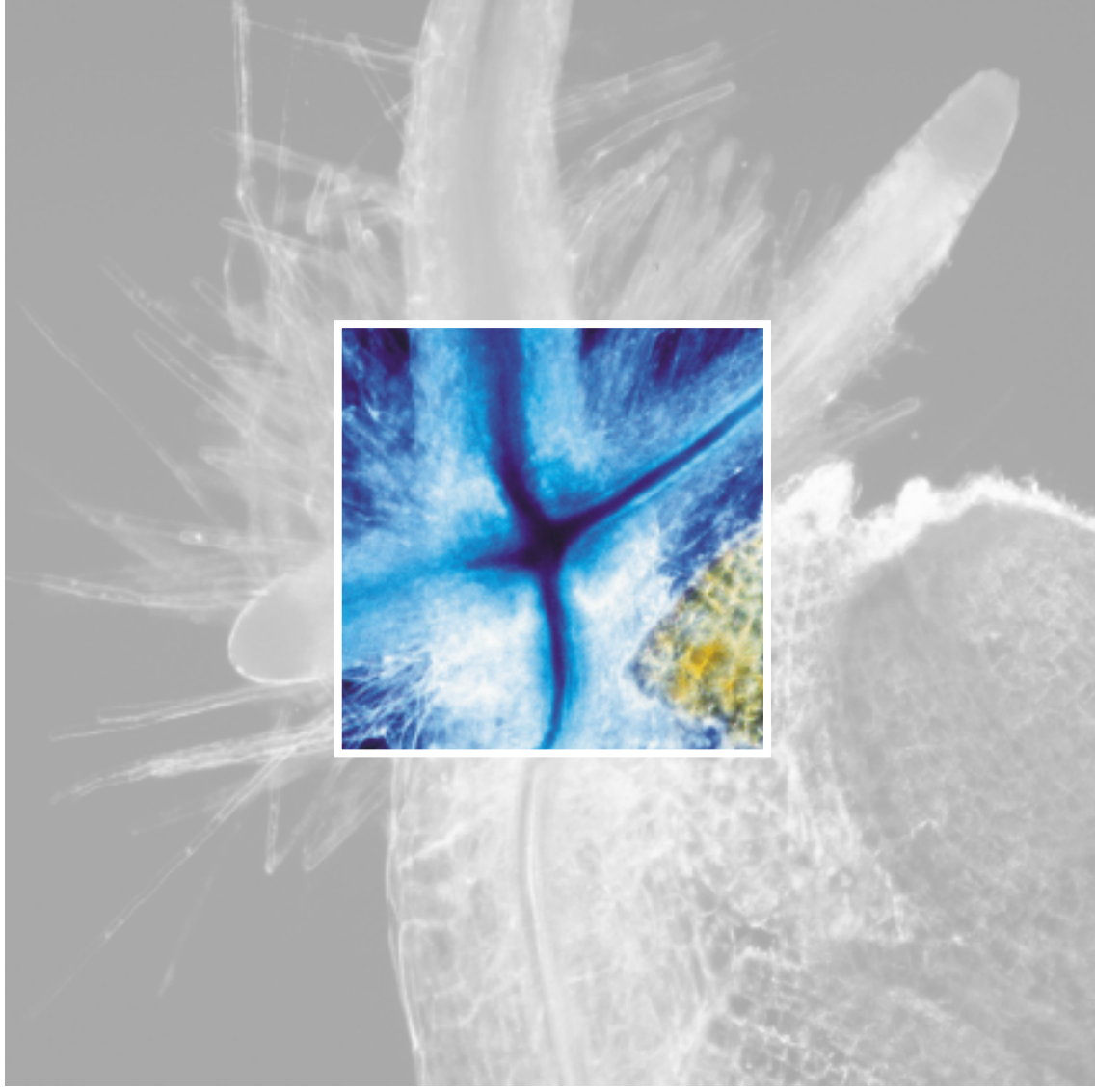
Die Fraunhofer-Gesellschaft

Die Fraunhofer-Gesellschaft ist die führende Trägerorganisation für Einrichtungen der angewandten Forschung in Europa. Sie betreibt Vertragsforschung für die Industrie, für Dienstleistungsunternehmen und die öffentliche Hand. Für Kunden aus der Wirtschaft werden einsatzreife Lösungen technischer und organisatorischer Probleme rasch und kostengünstig erarbeitet. Im Rahmen der Technologieprogramme der Europäischen Union wirkt die Fraunhofer-Gesellschaft in Industriekonsortien an der Lösung technischer Fragen zur Verbesserung der Wettbewerbsfähigkeit der europäischen Wirtschaft mit. Eine weitere wichtige Aufgabe der Fraunhofer-Gesellschaft ist die strategische Forschung: Im Auftrag und mit Förderung durch Ministerien und Behörden des Bundes und der Länder werden zukunftsrelevante Forschungsprojekte durchgeführt, die zu Innovationen im öffentlichen Nachfragebereich und in Schlüsseltechnologien beitragen. Dazu gehören die Forschungsgebiete Kommunikation, Energie, Mikroelektronik, Produktion, Verkehr und Umwelt. Die Globalisierung von Wirtschaft und Forschung macht eine internationale Zusammenarbeit unerlässlich. Niederlassungen der Fraunhofer-Gesellschaft in Europa, in den USA und in Asien sorgen daher für Kontakt zu den wichtigsten gegenwärtigen und zukünftigen Wirtschaftsräumen. Die Fraunhofer-Gesellschaft betreibt derzeit 56 Forschungseinrichtungen an Standorten in der gesamten Bundesrepublik. Rund 11 000 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, überwiegend mit natur- oder ingenieurwissenschaftlicher Ausbildung, bearbeiten das jährliche

Forschungsvolumen von über 900 Millionen Euro. Davon fallen mehr als 800 Millionen Euro auf den Leistungsbereich Vertragsforschung. Rund zwei Drittel dieses Leistungsbereichs erwirtschaftet die Fraunhofer-Gesellschaft aus Aufträgen der Industrie und öffentlich finanzierten Forschungsprojekten. Ein Drittel wird von Bund und Ländern beigesteuert, um damit den Instituten die Möglichkeit zu geben, Problemlösungen vorzubereiten, die erst in fünf oder zehn Jahren für Wirtschaft und Gesellschaft aktuell werden. Die Fraunhofer-Wissenschaftler sind auf differenzierte Forschungsaufgaben aus einem breiten Spektrum von Forschungsfeldern spezialisiert. Wenn Systemlösungen gefragt sind, arbeiten mehrere Institute interdisziplinär zusammen. Mitglieder der 1949 gegründeten und als gemeinnützig anerkannten Fraunhofer-Gesellschaft sind namhafte Unternehmen und private Förderer. Von ihnen wird die bedarfsorientierte Entwicklung der Fraunhofer-Gesellschaft mitgestaltet. Ihren Namen verdankt die Gesellschaft dem als Forscher, Erfinder und Unternehmer gleichermaßen erfolgreichen Münchner Gelehrten Joseph von Fraunhofer (1787-1826).



Life Science



Das Institut

Life Science

Biochips aus Plastik

Funktionale Lebensmittel

Mikrocarrier und Blutreinigung

Polymere Nanopartikel in der Medizin

Native Polymere

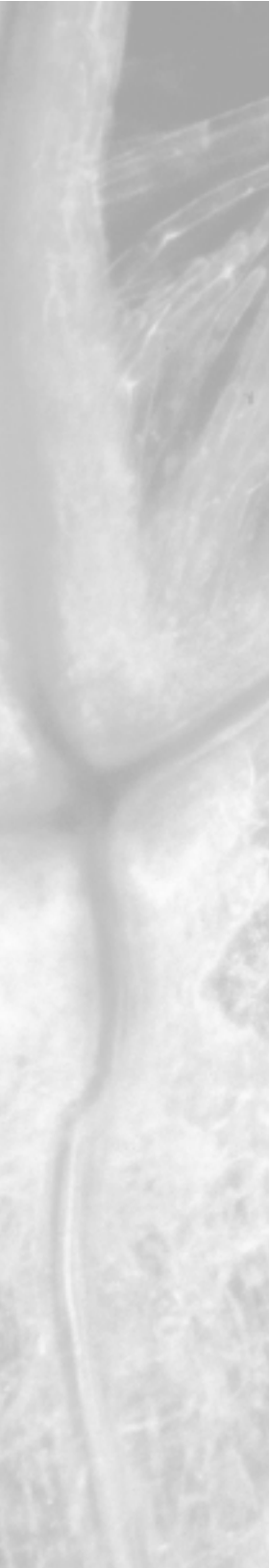
Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse

Biochips aus Plastik



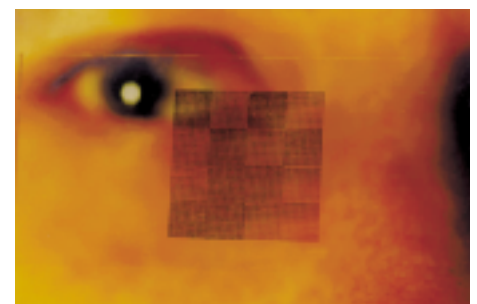
Biochips in der Proteomik, Diagnostik und Lebensmittelanalyse

»Wir stehen da enttäuscht und sehen betroffen den Vorhang zu und alle Fragen offen.« Berthold Brechts Zitat fasst den aktuellen Stand der Genforschung perfekt zusammen. Zwar kennen wir jetzt im Großen und Ganzen die Abfolge der vier DNA-Basen. Doch dieses Wissen wirft nun mehr Fragen auf, als es beantwortet hat. Die Suche nach der Wirkung der einzelnen Gene geht jetzt erst richtig los. Ohne Biochips, mit denen man parallel die Funktionen von DNA-Sequenzen schnell und zuverlässig bestimmen kann, ist diese Mammutaufgabe nicht zu bewältigen. Bisher wurden dazu Glasträger verwendet, auf die bis zu 5000 DNA-Abschnitte befestigt wurden. Die zu untersuchende Substanz wird mit Fluoreszenzfarbstoffen markiert und auf den Glasträger gegeben. Passen die Proben und die befestigten Abschnitte zueinander, können sie über den Farbmarker nachgewiesen werden. Auch für Lebensmitteluntersuchungen oder in der Diagnostik — vom Salmonellentest bis zum Qualitätstest für Bier — müssen biologisch aktive Moleküle auf Träger gekoppelt werden. Glas als Trägermaterial kann allerdings vielen Anforderungen zukünftiger Massen Anwendungen nicht gerecht werden: Dazu benötigte man ein Material, das preiswert in Massenproduktionen verarbeitet und chemisch aktiviert werden kann. Dies ist praktisch nur mit Kunststoffen möglich. So ließen sich Substrate in nahezu beliebigen Formen herstellen: als Platten, Chips, Membranen oder Sinterkörper. Die gewünschten optischen, mechanischen oder chemischen Eigenschaften von Kunststoffen lassen sich viel breiter variieren. Das Fraunhofer IAP bietet

Oberflächenchemie zur maßgeschneiderten Funktionalisierung von Kunststoffen. In der biotechnologischen Praxis werden vor allem zwei Dinge gefordert: hohe Konzentration von Kopplungsstellen für Funktionsmoleküle und möglichst keine unerwünschten Wechselwirkungen. Unspezifische Bindungen würden das Ergebnis verfälschen. Fremdstoffe könnten die Eiweiße oder Enzyme auf dem Chip für die eigentliche Probe maskieren.

Plasmabehandlung zur Aktivierung von Kunststoff-Chips

Polymermaterialien werden in zwei Arbeitsschritten funktionalisiert: Kunststoffe sind reaktionsträge. Eine Niederdruck-Plasmabehandlung erzeugt reaktive Gruppen. Diese Methode eignet sich auch zur Aktivierung im Inneren von porösen Membranen und Sinterkörpern. In einem zweiten Schritt kann die gewünschte Oberfläche mit Mitteln der klassischen organischen Chemie erzeugt werden. In abgeschlossenen Projekten gelang es, die Oberflächenenergie einzustellen und verschiedene Spacer-Moleküle oder Hydrogel-Nanoschichten aufzubringen. Mit Hilfe von Oberflächenanalysen können wir die Konzentration von Kopplungsgruppen genau bestimmen. Wir koppelten erfolgreich Enzyme auf Ultrafiltrationsmembranen aus Polypropylen. Membranen mit derartigen Enzymen könnten als Bioreaktoren genutzt werden.



Funktionale Lebensmittel

Food Design aus dem Land des Lächelns

Die reine Lehre kommt aus Japan: Das FOSHU-Siegel kennzeichnet Lebensmittel, die ausschließlich natürliche Inhaltsstoffe enthalten. Diese sollen als Bestandteil der täglichen Nahrung aufgenommen werden — also nicht als Kapseln oder Tropfen — und nachgewiesenermaßen die Gesundheit fördern durch verbesserte Immunabwehr, Vorbeugung bestimmter Krankheiten und Beschwerden bzw. Unterstützung von Genesung und Verlangsamung der Alterung. Nicht Raumfahrer-Tabletten-Menüs sind das Ziel, sondern eine ausgewogene, natürliche Nahrung aus einer Kultur, die auf eine ganzheitliche Gesundheitsförderung setzt. Im Vergleich zu Japan sind die europäischen Marktzahlen eher bescheiden. Heute wird das Weltmarktvolumen für »Functional Food«-Produkte auf zehn bis 22 Milliarden US-Dollar geschätzt. In Europa beträgt der Umsatz mit funktionellen Lebensmitteln zwischen 1,4 bis 1,7 Milliarden US-Dollar. Deutsche Verbraucher stehen in Europa beim Kauf von »Functional Food«-Produkten an der Spitze.

Mikroverkapselung aus Biopolymeren

Ob geschmacksneutrales Fischöl oder beruhigende Kartoffelchips mit Johanniskraut — in maßgeschneiderten

Nahrungsmitteln müssen empfindliche Zusätze wie Fettsäuren, Vitamine, Enzyme, Mineralstoffe oder Aromen schonend verarbeitet werden. Mikrokapseln schützen diese Stoffe vor oxidativen Veränderungen, maskieren unerwünschten Geruch und Geschmack, erleichtern die Dosierung und reduzieren die Gefahr für Allergiker. Das Fraunhofer IAP bietet langjährige Erfahrungen sowohl in den Verfahren der Verkapselung als auch in der molekularen Modifizierung von Biopolymeren als Trägermaterial wie Polysaccharide, Proteine oder Hydrokolloide.

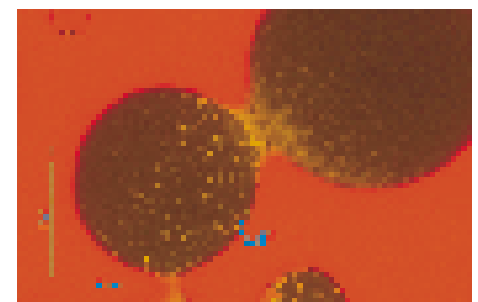
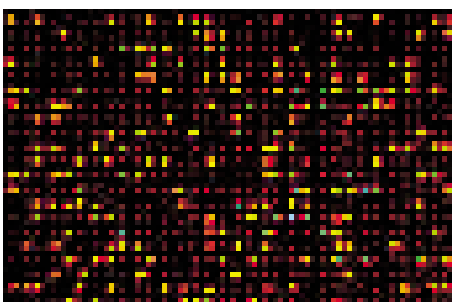
Pfeffer aus der Stärkefolie

Stärke ist ein idealer Naturstoff, der durch vielfältige molekulare Veränderungen an Wirkstoffe angepasst werden kann. Hier ist jedoch chemisches Know-how gefragt, beispielsweise um die von Natur aus wasserlösliche Stärke fettfreundlicher zu machen. Viele zu verkapselnde Aromastoffe müssen durch Öle extrahiert werden. Bis heute gibt es nur wenige hydrophobe Stärkeprodukte auf dem Markt. Das Fraunhofer IAP bietet Forschung und Entwicklung von derartigen Stärkeprodukten bis zur Markteinführung an. In Kombination mit geeigneten Additiven können durch Compoundieren oder Extrudieren Biomaterialien für die Applikation als Kapselmaterial optimiert werden, die den Wirkstoff kontrolliert über einen gewünschten

Zeitraum abgeben. Aus Asien kommt die Idee, Kräuter oder Gewürze in wasserlösliche Folien einzubinden. Durch chemische Modifizierung läßt sich die Filmbildung von Stärke steigern, so dass klare Folien entstehen, die auf der Zunge zergehen. Großküchen wünschen sich solche Folien beispielsweise mit Pfeffer gefüllt. Sie haften schnell und gleichmäßig am Fleisch und lösen sich bei hohen Temperaturen oder in Wasser rückstandslos auf. Auch wenn der erste BSE-Schock vorerst überstanden ist — der Verbraucher wünscht eine Alternative zur Gelatine. Stärke bildet Gele nicht so schlagartig wie Gelatine. Dafür läßt sich die Konsistenz viel feiner regulieren von sämig über cremig bis zu spritzfähig. Am Fraunhofer IAP werden insbesondere Stärkemodifikate für langzeitstabile Verdicker entwickelt.

Stärke für präbiotische Lebensmittel

Ergänzungstoffe mit fördernder Wirkung für die Darmflora dominieren den Markt der funktionalen Lebensmittel. Mikroorganismen sollen zur Prävention und Heilung von Darmerkrankungen über Lebensmittel zugeführt werden. Diese Organismen lassen sich gut auf Stärkelösungen anzüchten. Wir bieten die Entwicklung resistenter Biopolymer-Systeme zur Verkapselung von Mikroorganismen in ihrem Nährmedium. So ließen sich neue Produkte — Symbiotika — herstellen.



Mikrocarrier und Blutreinigung

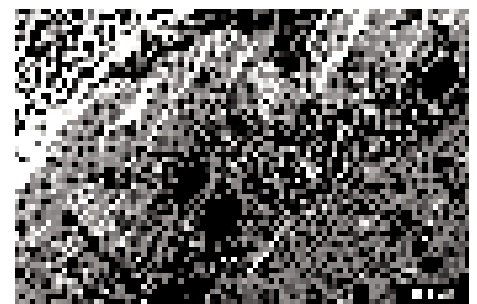
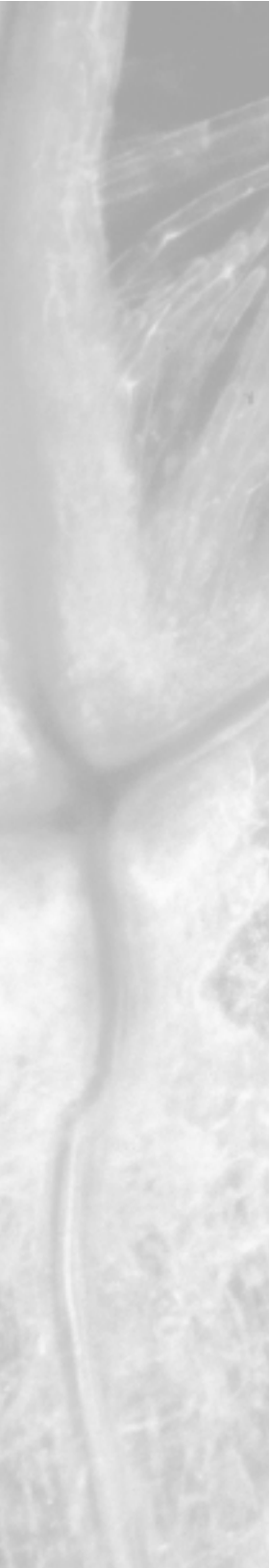
Polymere Nanopartikel in der Medizin

Membranen und selektive Absorber aus Cellulosederivaten

Biologische Materialien wie Enzyme, Zellen oder Arzneimittel müssen unter physiologisch schonenden Bedingungen verarbeitet werden. Cellulosederivate mit anionischen Gruppen können mit geeigneten Polykationen stabile Komplexe bilden. So werden Membranen und Mikrokapseln hergestellt, die als Mikrocarrier biotechnologische Materialien schützend umhüllen. Dabei wird ausschließlich in wässriger Phase gearbeitet. Spezielle Cellulosesulfate zeigen antivirale Aktivität und hemmen die Blutgerinnung. Cellulosederivate mit kationischen Gruppen sind für bakterizide und fungizide Beschichtungen, sowie als Ionentauscher in der Biotechnologie interessant. Durch Derivatisierung kann Cellulose als Adsorber für Schadstoffe in wässrigen Medien genutzt werden. Für die Blutreinigung hat Cellulose zahlreiche Vorteile gegenüber klassischen Adsorbentien: Geeignet modifizierte Cellulose bindet Schadstoffe selektiv. Andere wichtige Bestandteile wie Proteine und Salze verbleiben im Blut und müssen nicht künstlich nach der Blutreinigung wieder zugeführt werden. Als Naturstoff muss Cellulose nicht synthetisiert werden. Es verbleiben keine toxischen Restpolymere. Cellulosemikropellets markiert mit Fluoreszenzfarbstoffen können Membrandefekte detektieren.

Weniger Nebenwirkungen: Medikamente zur rechten Zeit am rechten Ort

Gewebe, Zellen, Blutkörperchen — biologisches Material liefert zahlreiche Vorbilder für polymere Nanosysteme. Synthetisiertes Polymermaterial nach biologischen Bauprinzipien konzipiert eignet sich daher hervorragend als Transporteur für medizinische Wirkstoffe (drug carrier). Durch maßgeschneiderte Oberflächen und Strukturen lassen sich diese Partikel zielgerichtet durch den Körper leiten (drug targeting). Die Teilchen werden im Körper nach einer festgelegten Zeit abgebaut. So geben sie den Wirkstoff nicht nur am richtigen Ort, sondern auch zur vorgeschriebenen Zeit ab (controlled release). Nanosysteme beeinflussen außerdem direkt die Gewebestrukturen: Polymere Micellen — geordnete Systeme vieler Polymere mit wasserabweisendem und wasseranziehendem Ende — steigern beispielsweise die biologische Aufnahme von fettlöslichen Medikamenten und Nahrungsergänzungstoffen. Im Gegensatz zu niedermolekularen Micellen lösen sich polymere Molekülverbände auch bei geringen Polymerkonzentrationen nicht auf. Dies ist entscheidend, wenn Micellen-Wirkstoffträger ins Blut injiziert werden sollen, ohne dass sie sich sofort auflösen. Hochmolekulare amphiphile



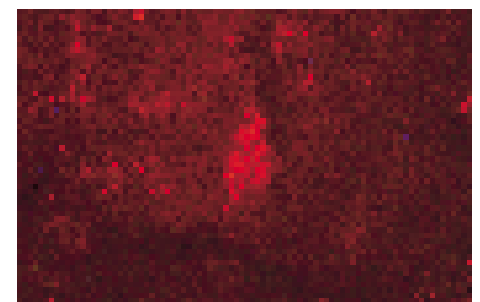
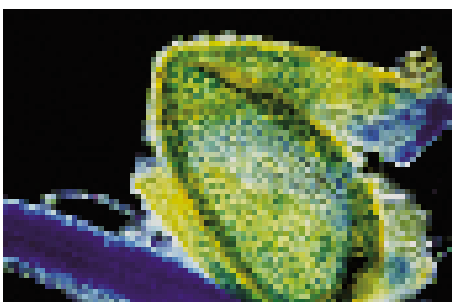
Blockcopolymeren mit fett- und wasserlöslichen Enden können große Mengen an Wirkstoffen fassen, ohne sich bei Verdünnung im Blut aufzulösen. Sie bleiben daher lange im Blutkreislauf erhalten (long circulating drug delivery systems). Die äußere Schale eines Partikels wird so präpariert, dass sie nicht mit Blut oder gesunden Gewebezellen wechselwirken. Die Micellen bleiben so von bestimmten Proteinen und Zellen unentdeckt, während sie sich in erkranktem Gewebe von Tumoren, Entzündungen oder Infarkten mit der Zeit passiv ansammeln. Die Partikel werden so modifiziert, dass sie bei bestimmten Temperaturen oder Säurewerten den Wirkstoff kontrolliert abgeben. Micellen lassen sich auch in der Diagnose von Krankheiten einsetzen: Belädt man sie mit fluoreszierenden, magnetischen oder aktivierten Markern, können sie mit Gamma-Strahlung oder magnetische Resonanz im Körper aufgespürt werden und verstrahlen so erkranktes Gewebe.

Proteinmuster als Weichen im Blutkreislauf

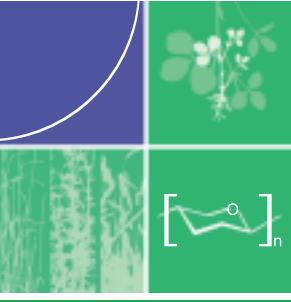
Wie lässt sich der Arzneistofftransport nach Injektion im Blut zielgerichtet steuern? Forscher im Raum Berlin stellen dazu folgende Arbeitshypothese auf: Wenn die Wirkstoffträger mit Blut in Kontakt kommen, lagern sich bestimmte Eiweiße aus dem Blutplasma auf der Oberfläche an. Das Eiweißmuster lässt sich über Oberflächeneigenschaften wie elektrische Ladung oder funktionelle Gruppen steuern. Je nach individuellem Muster werden die Partikel durch die Blutbahnen dirigiert. Am Fraunhofer IAP wurden Partikel mit verschiedenen Oberflächen präpariert. Am Uniklinikum Dresden konnte gezeigt werden, dass sich die wasserabweisenden Teilchen eher in Leber und Milz ablagern. Wasserfreundliche Oberflächen erreichen vorwiegend Organe wie die Niere oder lagern sich im Skelett oder der Haut an.

Polymer-Lipid-Träger für fettlösliche Arzneistoffe

Viele Untersuchungen deuten darauf hin, dass insbesondere fettsäurehaltige Trägerteilchen die Aufnahmegeschwindigkeit von Wirkstoffen im Körper positiv beeinflussen. In Kooperation mit dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung wurden Polymer-Lipid-Nanopartikel entwickelt und zum Patent angemeldet. Die weiche polymere Schale stabilisiert die Teilchen gegen unerwünschten Abbau. Bei einem eingestellten pH-Wert löst sie sich auf und setzt den Wirkstoff frei. Die Fettsäuren im Inneren des Partikels bilden einen Container mit unterschiedlichen räumlichen Strukturen für fettlösliche Medikamente.



Native Polymere



Das Institut

Life Science

Native Polymere

Nachwachsende Rohstoffe — Cellulose

Nachwachsende Rohstoffe — Stärke

Neue Verfahren zur Herstellung von Celluloseethern

Elektronenmikroskopische Präparation

Neue Technologien für Cellulosewursthüllen

Herstellungsverfahren für Stärke-Folien

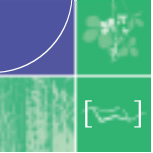
Analytik von Stärke-Derivaten

Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse



Nachwachsende Rohstoffe — Cellulose



Cellulosefaser verstärkte Verbundwerkstoffe

Die Automobilbranche ist einer der Vorreiter auf der Suche nach neuen Materialien — leicht, korrosionsstabil und umweltfreundlich. Kunststoffe ersetzen dabei immer mehr Materialien wie Metall oder Glas: Das geringere Gewicht spart Transportenergie. Sie lassen sich außerdem bei wesentlich geringeren Temperaturen verformen. Ihre ursprünglich geringere Belastbarkeit wird durch neue Konstruktionswerkstoffe ständig gesteigert. Ein wesentlicher Trend ist die Faserverstärkung. Durch Orientierung der Fasern können auch extreme Belastungsrichtungen verstärkt werden. Glasfasern verhelfen Kunststoff zu hoher Steifigkeit und Zugfestigkeit. Leider war der Preis ein hoher Verschleiss an den Maschinen und die Materialien ließen sich kaum wieder verwerten. Der »grüne« Werkstoff der Zukunft besteht aus einer biologischen Faserverstärkung in einer thermoplastisch verformbaren Matrix — möglichst abbaubar oder zumindest wiederverwertbar. Naturfasern — insbesondere Cellulose — bieten zahlreiche Vorteile: preiswert, leicht und formstabil bei hohen Temperaturen erreichen sie mittlerweile mechanische Festigkeiten vergleichbar mit Glasfasern. Reine Naturfasern aus den Blättern oder Stängeln von Pflanzen haben jedoch natürliche Grenzen der Belastbarkeit und Wärmebeständigkeit. Ihre unregelmäßige Struktur erschwert die Verarbeitung in automatisierten Prozessen. Technische Cellulosefasern hergestellt in einem Spinnprozess bieten eine interessante Alternative: Sie vereinen die Vorteile pflanzlicher Rohstoffe mit einheitlicher Struktur, Temperaturbeständigkeit, und gleichbleibender



Qualität. Sie sind deutlich belastbarer als Naturfasern oder billige synthetische Fasern wie Polypropylen oder Polyester. Die Spinnfasern lassen sich mit preiswerten Massenkunststoffen wie Polypropylen als Matrixmaterial zu spritzgussfähigen Thermoplasten compoundieren. Diese Materialien sind sehr geeignet für höher belastete Autoinnenbauteile wie Amaturentäger.

Spritzgussmaterialien — leichter, preiswerter, mit hoher Festigkeit

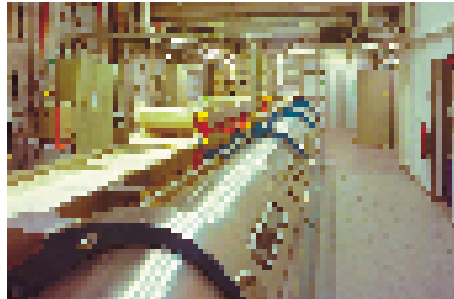
Wir bieten eine komplette Entwicklungsleistung von der Garn- und Vliesherstellung über die Verfestigung und Haftoptimierung zwischen Faser und Matrix bis zur optimalen Compoundierung des Verbundmaterials mittels Pultrusion und Extrusion. Untersuchungen der Struktur-Eigenschafts-Beziehungen liefern Vorhersagen über mechanische und thermische Kennwerte. Dafür steht uns ein umfangreicher Methodenpark und langjähriges Know-how zur Verfügung. Mit Hilfe röntgenografischer Methoden (Weit- und Kleinwinkelstreuung) ermitteln wir Kristallinität, Kristallitgröße, Textur oder Porenstruktur. Für die Elektronenmikroskopie entwickelten wir spezielle Präparationsmethoden beispielsweise für initialfeuchte Celluloseprodukte. Kernspinresonanz-Untersuchungen (NMR) liefern molekulare oder übermolekulare Strukturparameter. In



einem akkreditierten Prüflabor stellen wir einen Zusammenhang zu den relevanten mechanischen Kenngrößen her. Dies beschleunigt die Entwicklung maßgeschneiderter Spritzgussmaterialien als Konstruktionswerkstoff im Transportsektor, in der Möbelindustrie oder im Bauwesen.

Regeneratfasern aus Cellulose: Viskose — Carbatmat — Lyocell

So umweltfreundlich der eigentliche Rohstoff Cellulose, so problematisch ist seine Gewinnung und Verarbeitung. Cellulose lässt sich weder schmelzen noch in den üblichen Lösungsmitteln lösen. Die traditionelle Herstellung von Cellulosefasern (Viskose) gelang mit Hilfe von Schwefelkohlenstoff. Abfälle wie Schwermetalle, Schwefelwasserstoff oder Schwefelkohlenstoff bereiten dabei erhebliche Probleme. Das Carbatmatverfahren ist hier eine echte Alternative: Statt mit Schwefelkohlenstoff setzt man Cellulose mit Harnstoff um. Eine weitaus elegantere Methode ist das Lyocellverfahren: Der Rohstoff wird ohne Zugabe anderer Chemikalien direkt in Lösung gebracht — in N-Methyl-morpholin-N-Oxid, NMMO. Entzieht man dem stark hygroskopischen Lösungsmittel Wasser, so »saugt« es als Ersatz Cellulose mit seinen vielen OH-Gruppen auf.



Hohe Festigkeit für Textilfasern

Zusammen mit einem Anlagebauer aus der Industrie entwickeln wir ein Verfahren zur Verspinnung von Regeneratfasern nach dem Carbatmatverfahren. Die Qualität der Fasern lässt sich mit Viskosefasern messen. Ist das Verfahren installiert, lässt es sich wirtschaftlicher betreiben als das Viskoseverfahren. Durch gezielte Strukturänderungen an der Cellulose, erhöht man die Reaktivität und schont die Abwässer durch geringere Mengen an Natronlauge. Die in Natronlauge aufgeschlossene Cellulose muss so präpariert werden, dass die Carbatmatlösung möglichst homogen ist, denn störende Agglomerate verschlechtern die Festigkeit des Fadens. Cellulose-regeneratfasern ähneln Baumwolle: Sie wirken feuchtigkeitsregulierend und lassen sich gut für Wäsche verwenden. Im Fall der Lyocellfasern muss insbesondere noch die Nassscheuerfestigkeit verbessert werden. Dazu wurde bei uns ein patentiertes Verfahren entwickelt: Der Faden wird in zwei Stufen gefällt, so dass sich eine Kern-Mantel-Struktur des Fadens bildet. Die Moleküle im Mantel sind weniger orientiert, um Aufscheuern zu vermeiden. Gleichzeitig sorgt die starke Orientierung der Moleküle im Kern für die hohe Reißfestigkeit des Fadens. In Zusammenarbeit mit der Industrie könnte dieses Verfahren in den industriellen Maßstab übertragen werden.

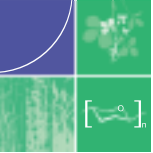


Celluloseblasfolien

Das NMMO-Verfahren eröffnet auch neue Perspektiven für die Herstellung von bioabbaubaren Folien ohne Zusatz von Chemikalien. Am Fraunhofer IAP wurde ein Verfahren patentiert, das die Herstellung von Schlauchfolien ermöglicht. Die NMMO-Celluloselösung lässt sich fast wie eine Polymerschmelze verarbeiten. Das Material wird im Luftspalt orientiert. So kann die Festigkeit in alle Richtungen feinjustiert werden. Dieses Verfahren benötigt weniger Prozessschritte. Das Lösungsmittel wird umweltschonend in einem geschlossenen Kreislauf genutzt.

Veredelte Cellulose und Additive

Ob Kosmetika, Lacke oder Beton — nicht zu flüssig, nicht zu zäh wünscht sich der Verbraucher das Produkt. Durch gezielte Substitution lässt sich Cellulose hervorragend als Bindemittel oder Verdicker einsetzen. Die gewünschte Konsistenz bleibt auch bei Lagerung erhalten — oder kann vorübergehend verändert werden. So ist es möglich, dass Beton für den Transport dünnflüssig gemacht wird, aber am Einsatzort in gewohnter Weise verarbeitet werden kann.



Nachwachsende Rohstoffe — Stärke



Rohstoff mit Potential

Stärke als polymerer Rohstoff ist bioverträglich, preisgünstig und lebensmitteltauglich. Im Gegensatz zu anderen nachwachsenden Rohstoffen lässt sie sich einfach und umweltfreundlich durch wässrige Extraktion aus Pflanzen gewinnen. Darüber hinaus kann sie leicht modifiziert werden. Stärke besteht aus einer verzweigten Komponente — dem Amylopektin — und aus einer linearen — der Amylose. Genetische wie biotische Faktoren bestimmen Zusammensetzung und Eigenschaften der Stärke wie z.B. Quellverhalten, Viskositätsbildung und Geliervermögen. Die richtige Wahl der Stärkeart ist ausschlaggebend für den optimalen Einsatz. Durch gezielte Modifizierung — enzymatisch, physikalisch oder chemisch — sind gewünschte Eigenschaften einstellbar. Stärke eignet sich hervorragend als Viskositätsbildner, Polyelektrolyt oder Bindemittel in wässrigen Systemen. Außerdem nutzt man den Rohstoff als bioabbaubare Materialkomponente für Folien, Spritzguss, Chips oder Schaumstoff. Fast alle Branchen der Lebensmittelindustrie, zahlreiche Zweige der chemisch-technischen oder pharmazeutischen Industrie verwenden Stärke, Stärkederivate sowie Stärkeverzuckerungsprodukte. Stärke wird in der Europäischen Union hauptsächlich aus Mais, Weizen und Kartoffeln gewonnen. Mehr als 19 Mio Tonnen Rohstoff werden in der Europäischen Union pro Jahr zu 7,7 Mio Tonnen Stärke verarbeitet. Die Stärkeindustrie in Deutschland stellt jährlich etwa eine Menge von 1,5 Mio Tonnen her. Der Großteil wird zur Zeit zu Verzuckerungsprodukten oder als native Stärke verarbeitet. Nur ein kleiner Teil von 18 Prozent wird modifiziert. Hier liegt großes Potential.

Funktionalisierung in wässrigen Systemen

Typische Stärke-Funktionen wie Klebverhalten, Wasserlöslichkeit oder Flockungseigenschaften können durch maßgeschneiderte Ladungsverteilungen gesteuert werden. Stärkeprodukte mit positiv oder negativ geladenen Gruppen unterschiedlicher Substitutionsgrade ersetzen synthetische Polymere in zahlreichen chemischen Industrieprozessen.

Stärke als Papierhilfsmittel

In der Papierherstellung werden in zunehmendem Maße kationische Stärkeprodukte in der Masse- und Oberflächenleimung eingesetzt. Zur Erhöhung der Retention der Stärke auf der Cellulosefaser und für die Entwicklung von Spezialpapier werden neue Prinzipien für die Funktionalisierung der Stärke erforscht.

Flockungsmittel zur Abwasserreinigung und Schlammwässerung

Durch Kationisierung der Stärke mit Substitutionsgraden größer als 0,5 werden unter spezifischen Verfahrensbedingungen Flockungseigenschaften erreicht, die den Einsatz für die Abwasserreinigung und Klärschlammkonditionierung ermöglichen. Im Gegensatz zu synthetischen Flockungsmitteln



kann Stärke in Bioklärbecken verwendet werden.

Carboxymethylstärke als Wasserbinder

Vorzugsweise werden zur Zeit Acrylate als Cobuilder für Waschmittel verwendet. Durch Carboxymethylierung der Stärke mit hohem Substitutionsgrad wird die gewünschte Wasserlöslichkeit und ein ähnliches Calcium-Bindevermögen erreicht. Carboxymethylstärke lässt sich auch als Dichtungsmittel und Viskositätsregulator einsetzen.

Modifizierung von Stärke

Die Seitengruppen der Stärke (Hydroxylgruppen) lassen sich in breitem Umfang chemisch modifizieren und in Ester, Ether oder Oxidationsprodukte verwandeln. So entstehen Stärkeprodukte mit neuen Eigenschaften wie Wasserbeständigkeit und verbesserter Gel- und Filmbildung.

Hydrophobe Stärke

Mit partiell hydrophoben Stärken sind Dispersionen herstellbar, die bei optimaler Einstellung des Quellverhaltens und der Partikelgrößenverteilung über Monate viskositätsstabil und homogen bleiben. Auf dieser Basis können Dispersionskleber und andere Lösungsmittelfreie Bindemittel entwickelt werden. Die Verträglichkeit dieser modifizierten Stärken mit niedermoleku-

laren und polymeren hydrophoben Substanzen wie Ölen, Fetten oder Polyolefinen bieten vielversprechende Produktentwicklungen.

Gelatineersatz

Die Gelbildungseigenschaften der Stärke können durch Modifizierung so verändert werden, dass Stärkeprodukte als partieller oder vollständiger Ersatz für Gelatine verwendet werden können. Für Süßwaren- und Pharmaindustrie sind interessante Entwicklungen möglich, vor allem weil die Stärkeprodukte an bestehende technologische Abläufe angepasst werden können.

Mikroverkapselung

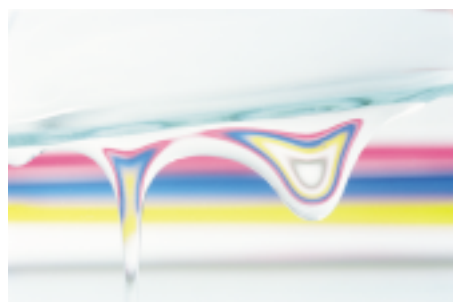
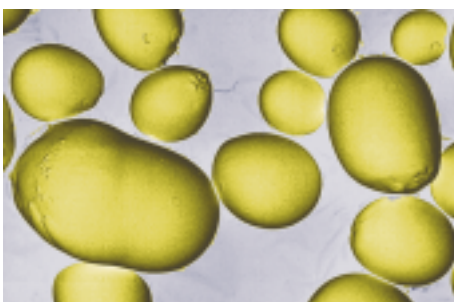
Das Filmbildungsvermögen der Stärke eignet sich für die Herstellung von Mikrokapseln in der Pharmazie und Lebensmittelindustrie. Stärke lässt sich mit retardierenden Stoffen mischen und kann so für kontrollierte Freisetzung genutzt werden.

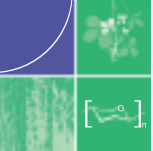
Stärkefolien — von wasserlöslich bis wasserbeständig

Für Lebensmittelverpackungen aus Stärke als Ersatz für Polyolefine sind im folgende Eigenschaften gewünscht:

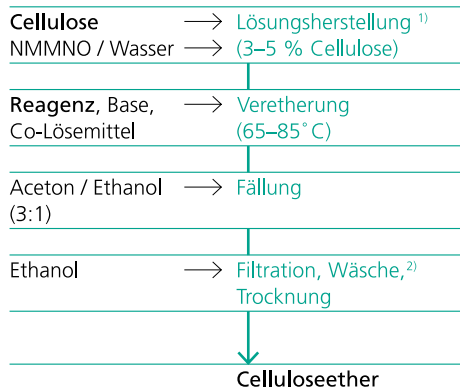
- wasserbeständig
- mechanisch stabil
- flexibel, gute Dehnbarkeit
- perforierbar
- gute Sauerstoffbarriere

Stärke und Stärkemonomere als Materialkomponente haben als bioabbaubare Verpackungsmittel am Markt einen festen Platz eingenommen. Am Fraunhofer IAP werden Stärkefolien mittels Extrusions- und Gießtechnik entwickelt. Die Feuchtestabilität kann von Wasserbeständigkeit bis zur vollständigen Wasserlöslichkeit eingestellt werden. Wir bieten Entwicklungen für wasserlösliche Folien in der Landwirtschaft oder als Dosierverpackungen von Waschmitteln genauso wie wasserbeständige Blends aus Stärke und bioabbaubaren synthetischen Materialien. Der Schwerpunkt der Arbeiten am Fraunhofer IAP liegt auf der Verarbeitung von Stärkederivaten. Bisher sind die Zusammenhänge zwischen Stärkemonomere, Verarbeitung und den resultierenden Materialeigenschaften nur wenig bekannt, so dass dieses Potential für die Materialentwicklung stärker genutzt werden soll.





Neue Verfahren zur Herstellung von Celluloseethern



- 1) Entzug von Wasser
- 2) Recycling der Filtrate

Schema 1 Veretherung von Cellulose im NMMNO-System.

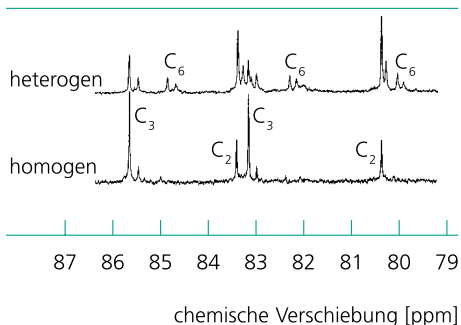


Bild 1 Vergleich der ¹³C-NMR-Spektren von Carboxymethylcellulose (CMC) hergestellt auf klassischem, heterogenem Weg und nach dem neu patentierten homogenen Verfahren.

MS _{NMR}	Löslichkeit in Wasser	η [mPa·s]	
		D=2,55/s	D=10/s
Neuartiger HPC-Typ			
0,49	löslich	4500	2400
0,48	löslich	11400	7100
1,43	löslich	2100	1900
1,40	löslich	20500	11600
Kommerzielle HPC			
1,25	teillöslich	230	210
1,85	teillöslich	130	150

η Viskosität einer 2%-HPC-Lösung in Wasser
D Schergefälle

Tabelle 1 Rheologische Charakterisierung von Hydroxypropylcellulose (HPC).

Technische Feinsteuerung durch homogene Lösung

Celluloseether werden im großen Maßstab von der chemischen Industrie hergestellt. Sie verbessern Gebrauchseigenschaften wässriger Systeme wie Fließeigenschaften, Stabilität von Suspensionen, Sedimentationsvorgänge, Quellung, Gelbildung oder Klebewirkung. Die technische Herstellung von Celluloseethern erfolgt heute ausschließlich unter heterogenen Reaktionsbedingungen: Die ungelöste Cellulose wird zunächst mit konzentrierter Alkalilauge aktiviert und dann mit Alkylhalogeniden oder Epoxyalkylverbindungen bei erhöhter Temperatur umgesetzt. Durch den Einfluss der celluloseischen Überstruktur und Morphologie ist die technische Steuerung solcher Heterogenprozesse aufwändig und schwierig. Durch Auflösung der Cellulose erreicht man dagegen eine gleichmäßigere chemische Modifizierung. Das gewünschte Eigenschaftsprofil (z. B. Quellbarkeit, Gelbildung, Löslichkeit, Hydrophilie) des Cellulosederivates kann wesentlich besser eingestellt werden. Gemeinsam mit der Wolff Cellulosics GmbH untersuchten wir verschiedene Reaktionstypen zur Herstellung von Cellulosederivaten unter homogenen Reaktionsbedingungen. Möglichkeiten der Verfahrensvarianten sollten abgesteckt werden. N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMNO) in Form der Monohydrat (MH)-Schmelze wird als Celluloselösemittel seit einigen Jahren im technischen Maßstab zur Herstellung von Cellulosefasern und -folien eingesetzt. Es sollte daher geprüft werden, ob es sich allein oder in Kombination mit einem weiteren organischen Lösungsmittel als Reaktionsmedium zur Herstellung von Celluloseethern eignet.

Organische Co-Lösemittel für gleichmäßige Derivatisierung

Die Cellulosekonzentration in NMMNO kann je nach Polymerisationsgrad der Cellulose 2 bis 20 Prozent betragen. Voruntersuchungen zeigten, dass eine Veretherung von Cellulose in diesem System möglich ist. Jedoch bei Zusatz des erforderlichen Alkalihydroxids bzw. einer Ammoniumbase koagulierte stets die Polymerlösung oder das Alkali-hydroxid fiel aus. Dies führte zu einer ungleichmäßigen Derivatisierung. Zur Lösung dieses Problems wurde eine organische Co-Komponenten zugesetzt, so dass die Cellulose gelöst bleibt und die gewünschte Reaktion unter homogenen Bedingungen stattfindet. Es eignen sich die polaren Lösungsmittel Dimethylsulfoxid (DMSO), N-Methylpyrrolidon (NMP) und N,N-Dimethylacetamid (DMA) oder Alkohole, wie n- oder iso-Propanol. In diesen Lösungssystemen wurden Carboxymethylcellulosen (CMC), Hydroxyalkylcellulosen (HEC, HPC) und Cyanoethylcellulosen (CEC) synthetisiert. Als Veretherungsmittel wurden vor allem Epoxy- oder Vinylgruppen enthaltende Veretherungsmittel, wie z.B. Ethylenoxid, Propylenoxid, Epoxypropanol oder Acrylnitril aber auch Alkylhalogeniden, wie z.B. Monochloressigsäure oder Monochloracetat eingesetzt.

Patentierete Festkörperkatalysatoren ersparen Fremdsalztrennung

Zusätzlich entdeckten wir, dass Veretherungsreaktionen von Cellulose in hochviskoser NMMNO-Lösung auch ohne Verwendung von Alkalihydroxid durch einen Festphasenkatalysator initiiert und beschleunigt werden können. Dadurch kann der erhebliche Fremdsalzanfall, wie er in kommerzi-

ellen Veretherungsverfahren üblich ist, weitgehend vermieden werden. Diese Verfahrensvariante wurde gemeinsam mit unserem Industriepartner Wolff Cellulosics zum Patent angemeldet. Nach der Umsetzung erfolgt die Isolierung und Reinigung der gelösten Celluloseether durch Abtrennen des anionischen Ionenaustauschers und Ausfällung des Celluloseethers mit geeigneten Fällungsmitteln, wie Methanol, Ethanol, Propanol, Aceton oder deren Mischungen, die auch zum Auswaschen der Nebenprodukte verwendet werden (Schema 1).

Gleichmäßigere Substitution gegenüber klassischen Verfahren

Die synthetisierten Celluloseether wurden charakterisiert und deren Substitutionsmuster sowie Eigenschaftenprofil mit kommerziellen Produkten verglichen. Daraus konnten Struktur-Eigenschaftsbeziehungen abhängig von den Synthesebedingungen ermittelt werden. Im Vergleich zu kommerziell erhältlichen Celluloseethern weisen die im System NMMNO/organisches Lösungsmittel gewonnenen Cellulosederivate neuartige Eigenschaften auf. Die durch hochauflösende ^{13}C -NMR-Spektroskopie gefundene Substituentenverteilung von homogen hergestellten Carboxymethylcellulosen zeigt bei Substitutionsgraden (DS) von 0,3 bis 0,6 eine Bevorzugung der C_3 -Position innerhalb der Anhydroglucoseeinheit (AGE) (Bild 1). Diese Carboxymethylcellulosen sind bereits bei einem DS größer als 0,2 wasserlöslich. Die wässrige Lösung einer entsprechend synthetisierten Hydroxypropylcellulose mit einem molaren Substitutionsgrad (MS) von 1,4 zeigt ein bemerkenswertes Phänomen: Bei Temperaturerhöhung bis zum Siedepunkt des Wassers

flocken sie nicht aus. Dies wird auf die geringere Seitenkettenbildung und die andersartige Verteilung der Substituenten in der Monomereinheit zurückgeführt. Insbesondere wirkt sich die Gleichmäßigkeit der Substituenten in und zwischen den Celluloseketten auf das Eigenschaftsprofil der Celluloseether aus. Bei der Hydroxyethylierung in obigen Systemen konnten Reagenzausbeuten an Ethylenoxid von 70 Prozent erreicht werden. Die Verluste des Lösungsmittels NMMNO können durch Stabilisatoren verringert werden.

Kontakt



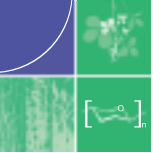
Dr. Wolfgang Wagenknecht
Dr. Fritz Loth
Dr. Jürgen Kunze
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-15 11
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: wwagenkn@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Wolff Cellulosics GmbH

Patente

»Neuartige Celluloseether und Verfahren zu deren Herstellung«
EP 0996641
DE 19730090



Elektronenmikroskopische Präparation

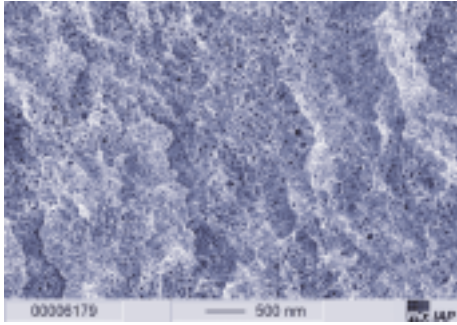


Bild 1 SEM-Aufnahme nach Cryotransfer (CT) an einer initialfeuchten Cellulose-Carbamatfaser **A**.

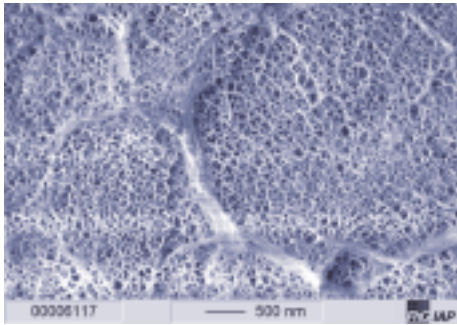


Bild 2 SEM-Aufnahme (CT) an einer Cellulose-Carbamatfaser nach Lösungsmittelaustausch **B**.

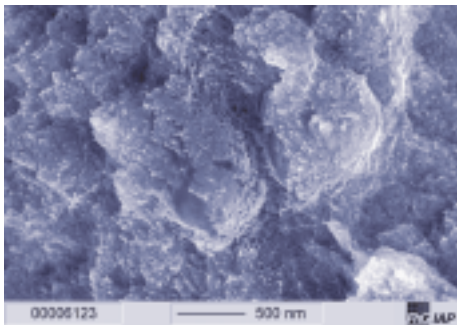


Bild 3 SEM-Aufnahme (CT) an einer Cellulose-Carbamatfaser nach Lufttrocknung **E**.

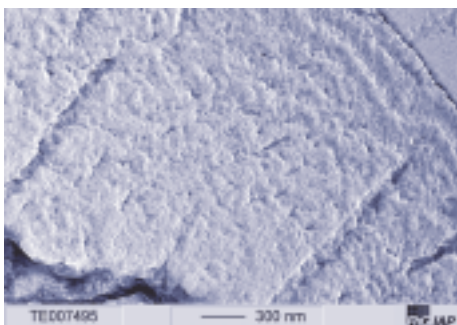


Bild 6 TEM-Aufnahme an einem Dünnschnitt nach Lufttrocknung.

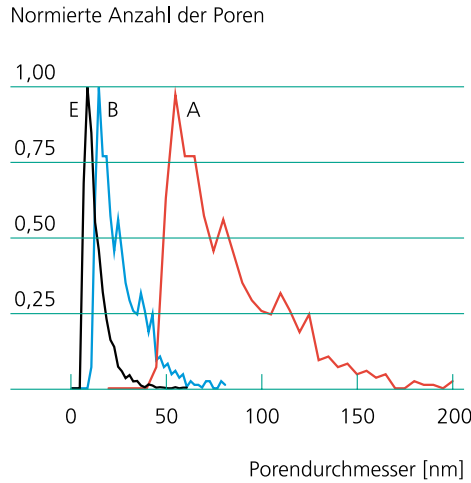
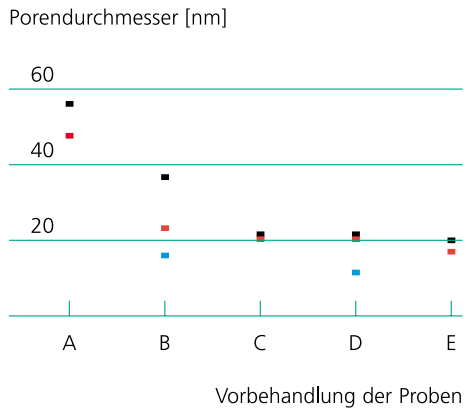


Bild 4 Darstellung der normierten Anzahl von in SEM-Aufnahmen (CT) detektierten Poren über dem Porendurchmesser für die Präparationsschritte A, B und E.



Detektion der Poren
 — SEM, visual
 — SEM, automatisch
 — TEM, automatisch

Bild 5 Auftragung der mittleren Porendurchmesser über der Präparationsart — der Porendurchmesser wurde visuell bzw. über eine Bildauswertesoftware bestimmt.

Wasserentzug verändert Proben in der Elektronenmikroskopie

Bei der Präparation nativer Polymere für elektronenmikroskopische Untersuchungen muss der natürliche Wassergehalt entsprechender Proben berücksichtigt werden. Im ESEM (Environmental Scanning Electron Microscope) kann während der Untersuchungen im Vorvakuum ständig Wasser aus der Probe verdampfen, so dass sich die Morphologie auch während der Untersuchungen ändern kann. Für die Untersuchungen in Hochvakuum-Elektronenmikroskopen erfolgt dagegen die Präparation gewöhnlich durch den vorsichtigen Entzug von Wasser (z.B. durch Lösungsmittelaustausch). Damit sollen morphologische Veränderungen weitgehend verhindert werden, die durch Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen und dem damit verbundenen Schrumpf des Materials verursacht werden. In vergleichenden Untersuchungen werden die Vorteile einer Kryopräparation bei direktem Transfer von eingefrorenen Cellulose regeneratfasern (Carbamatprozess) auf den gekühlten Probenhalter aufgezeigt.

Tiefgefroren in den Probenhalter: Kryopräparation

Es wurden Faserproben mit folgender Vorbehandlung untersucht:

- A Initial-feucht:
Nach Verlassen des Fällbades blieben die Proben im Wasser.
- B Lösungsmittelaustausch:
Durch Schütteln in Bädern mit aufsteigendem Alkoholgehalt wurde das Wasser entzogen.
- C Schonende Trocknung:
Nach dem Lösungsmittelaustausch

wurden die Proben mit Äther getrocknet.

D Re-wetting:

Nach der Trocknung wurden die Proben eine Stunde in verdünnter Natronlauge (6 %) geschüttelt und anschließend mit Wasser neutral gewaschen.

E Trocknung an Luft:

Die initialfeuchten Proben wurden bei Zimmertemperatur an Luft bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Raster-Elektronenmikroskopie (SEM)

Die Untersuchungen wurden am JSM 6330 F (Jeol) bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV mit einem Arbeitsabstand von 8 mm durchgeführt. Die Präparation erfolgte mit dem Cryotransfersystem (CT) Alto 2500 (Oxford Instruments GmbH). Die Proben wurden bei ca. -130 °C gebrochen. Durch die Sublimation des Wassers bei -95 °C (Dauer 2 min) wurden Strukturen bis zu einer Tiefe von ca. 400 nm freigelegt. Nach einer Platin-Besputterung (ca. 5 nm Dicke) wurden die gefrierfixierten Proben direkt auf den gekühlten Probenhalter (-160 °C) im SEM transferiert.

Transmissions-Elektronenmikroskopie

Die Untersuchungen wurden im CM 200 (Philips) bei einer Beschleunigungsspannung von 120 kV durchgeführt und die Aufnahmen digital (MegaView II, SIS GmbH) gespeichert. Nach den Vorbehandlungen wurden die Proben in Polymethylmethacrylat (PMMA) eingebettet, um Ultradünnschnitte (Ultracut S, Leica) für die Untersuchungen im TEM herzustellen.

Probenveränderung bei klassischen Verfahren

Die SEM-Aufnahmen der initial-feuchten Faser (A) zeigen eine ebene Bruchfläche mit einer großporigen Struktur (Bild 1). Wände aus dichtem Material trennen großflächige Areale mit einem Durchmesser von 0,5 bis 5 µm voneinander ab. Dagegen werden durch die nachfolgenden Behandlungen die Brüche zunehmend spröder (Bild 2 und 3). Weiterhin nimmt der Durchmesser der Poren (Bilder 1-3) bei enger werdender Verteilung ab (Bild 4). Dementsprechend nimmt auch der mittlere Porendurchmesser, bestimmt über eine visuelle und automatische Bildauswertung der SEM-Aufnahmen, ab (Bild 5). Vergleichende TEM-Untersuchungen an Dünnschnitten zeigen, dass nach den Präparationsschritten (B) und (D) durch die Einbettung in PMMA der Porendurchmesser sich weiter verringert (Bild 5). Nach der Lufttrocknung (E) liegt eine dichte Struktur ohne detektierbare Poren vor (Bild 6).

Kryotransfer verhindert Kollaps der Porenstruktur

Die CT-Präparation gestattet die Untersuchung initial-feuchter Proben im eingefrorenen Zustand. Wie am Beispiel der Carbamatfäden gezeigt, bleiben dadurch Strukturen, die sich in der Regeneratcellulose im Fällprozess bilden, erhalten. Durch Präparation unter Wasserentzug kommt es zu einem irreversiblen Kollaps der Porenstruktur, der auch durch das re-wetting nicht rückgängig gemacht werden kann. Mittels CT-Präparation können die detektierten Strukturen besser der Probengeometrie zugeordnet werden. Die Stabilität der Strukturen bei tiefen Temperaturen erlaubt eine höhere Auflösung.

Kontakt



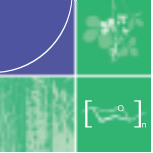
Dr. Manfred Pinnow
Dr. habil. Hans-Peter Fink
Dipl.-Ing. Marion Schlawne
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-18 14
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: pinnow@iap.fraunhofer.de

Förderung

Fraunhofer-Eigenforschungsprojekt
»Methodenentwicklung«

Kooperation

Teepak N.V., Lommel, Belgien
Zimmer AG, Frankfurt a. M.



Neue Technologien für Cellulosewursthüllen

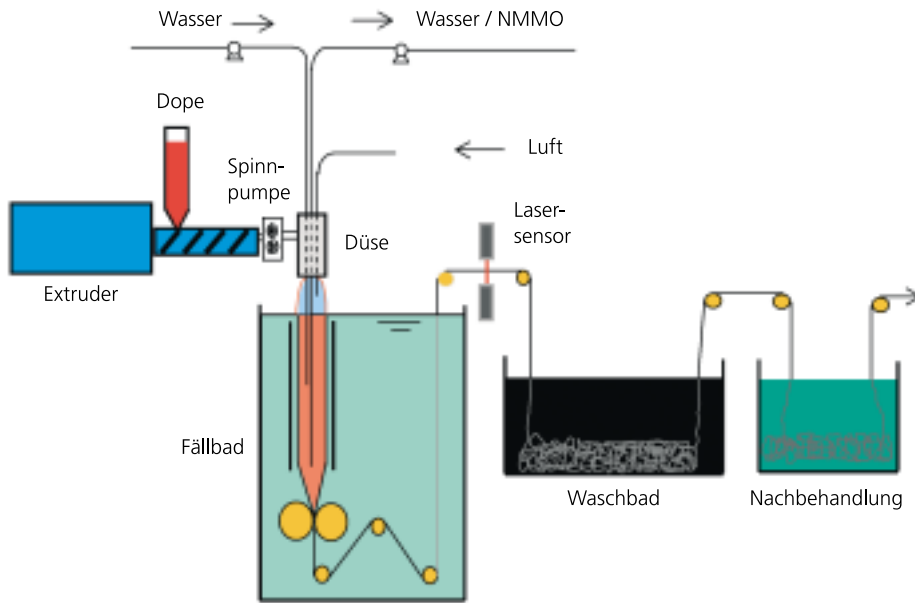


Bild 1 Schema der Laboranlage.

Folien zum Räuchern

Zur Herstellung von Würsten in »zarter Eigenhaut« wird die Fleischmasse in eine Schlauchfolie abgefüllt, darin gekocht und geräuchert. Anschließend wird die Folie entfernt. Wursthüllen aus Cellulose besitzen für diesen Prozess hervorragende Eigenschaften:

- Trocken- und Nassfestigkeiten,
- Rauch- und Wasserdurchlässigkeit,
- sehr gute geometrische Gleichmäßigkeit der Schläuche

Das Ausgangsmaterial für diese Wursthüllen ist natürliche Cellulose, wie Holzzellstoff oder Baumwolllinters. Im traditionellen Viskoseprozess wird die Cellulose in Lösung gebracht, indem Alkalicellulose mit Schwefelkohlenstoff reagiert. Das entstehende Xanthogenat wird in Natronlauge aufgelöst. Aus dieser Lösung werden Endlos-Schläuche extrudiert, in einem Säurebad koagulierte und regeneriert. Die Nachteile dieser Technologie sind bekannt:

- Bildung von Abprodukten (Salze)
- Freisetzung von Schwefelwasser und -kohlenstoff

Im Vergleich dazu vermeidet der Aminoxid-Prozess gerade diese Nachteile.

Patentierter Prozess für Blasfolien ohne Abfallprodukte

Ziel dieser Arbeiten war die Entwicklung einer neuen Blasfolientechnologie auf der Grundlage der Verformung von konzentrierten Cellulose-Aminoxidlösungen. Das Konzept dieser Technologie ist in dem Patent DE 4421482 beschrieben.

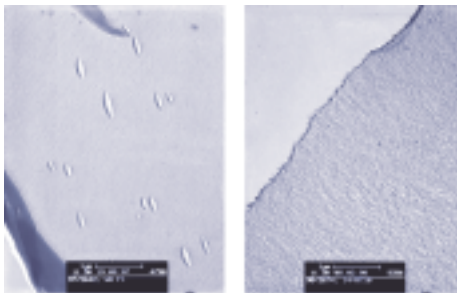
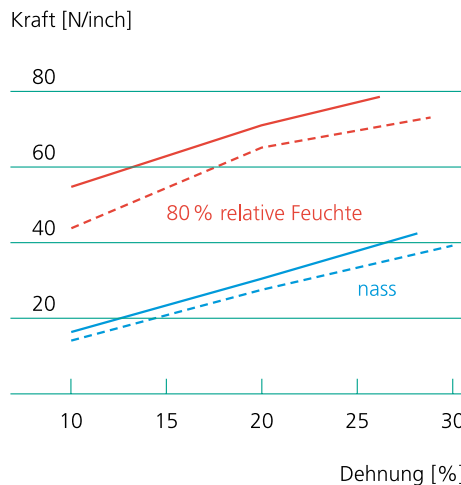


Bild 2 Porenstruktur in Querschnitten von Cellulosewursthüllen.



— NMMO
 - - - Viskose

Bild 4 Spannungs-Dehnungs-Diagramme von Blasfolien. Oben: nach »re-wet«-Behandlung. unten: nach Lagerung bei 80 Prozent relative Feuchte.



Bild 3 Technikumsanlage für Celluloseblasfolien.

Folgende Anforderungen wurden an den neuen Prozess gestellt:

- optimale Extrusionsbedingungen, so dass die Dimensionen des Schlauches stabil bleiben
- spezielle Extrusions- und Prozessparameter für optimierte Festigkeit und Permeation
- Lebensmitteltauglichkeit
- praktikable scale-up-Parameter für eine Pilotanlage

Nach rheologischer Charakterisierung der Celluloselösung entwickelten wir eine spezielle Düse zur exakten Verformung in Schläuche mit guter Dimensionsstabilität bei hohen Extrusionsgeschwindigkeiten. Die Laboranlage ist in Bild 1 schematisch dargestellt. So konnten Abzugsgeschwindigkeiten bis zu 8 Meter pro Minute erreicht werden. Eine Reihe von unterschiedlichen Zellstoffen wurde in die Untersuchungen einbezogen. Die Extrusionsparameter optimierten wir nach einem mehrdimensionalen Versuchsplan unter Variation der Parameter Aufblas- und Abzugverhältnis sowie Fällbadtemperatur.

Prozessoptimierung bis zur Industriereife

Jeder Zellstoff weist ein eigenes Löseverhalten auf. Abweichende rheologische Eigenschaften der Lösungen beeinflussen die Kenngrößen auf den Blasfolienprozess. Signifikante Unterschiede wurden sowohl für die »blow-up«-Charakteristik als auch für die Struktur und die Eigenschaften des Endproduktes gefunden. Die mechanischen Eigenschaften der Schlauchfolien können durch Wahl der Extrusionsparameter in einem weiten Bereich eingestellt werden. Folienstruktur und Permeabilität werden auch durch den

Fällprozess eingestellt. Der Aminoxidprozess führt im Vergleich zum Viskoseprozess zu einer gleichmäßigeren Struktur nach der Trocknung (Bild 2). Die Filme zeigen eine höhere Quellung in Wasser. Der Trockenvorgang lässt sich durch Einstellung unterschiedlicher Längs- und Querreckverhältnisse zur Fixierung mechanischer Kenngrößen nutzen. Die Folien weisen gute mechanische Eigenschaften auf, das Permeabilitätsverhalten ist ausgezeichnet. Verunreinigungen können durch optimales Waschen auf ein absolutes Minimum reduziert werden. Die Lebensmitteltauglichkeit wurde im Fresenius-Institut getestet. Die Untersuchungen zeigten, dass beispielsweise der Gehalt an Nitrosaminen weit unterhalb der geltenden Grenzwerte liegt. Die so produzierten Schlauchfolien wurden erfolgreich zur Herstellung von Frankfurter Würstchen eingesetzt. Außerdem können Additive oder Verstärkungsfasern in dieser Technologie zugesetzt werden, um das Eigenschaftsfeld dieser Schlauchfolien zu erweitern. Für die Auslegung einer Pilotanlage wurden die notwendigen Kenngrößen ermittelt und in einer Technikumsanlage realisiert. (Bild 3).

Kontakt



Dr. Peter Weigel
Dr. habil. Hans-Peter Fink
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-17 07
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-37 07
E-Mail: weigel@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Teepak LLC, Lommel, Belgien

Patente

»Verfahren zur Herstellung orientierter Cellulosefolien, die mit diesem Verfahren hergestellten Folien und deren Verwendung«
DE 4421482

»Verfahren zur Herstellung orientierter Cellulosefolien«
EP 0766709

Herstellungsverfahren für Stärke-Folien

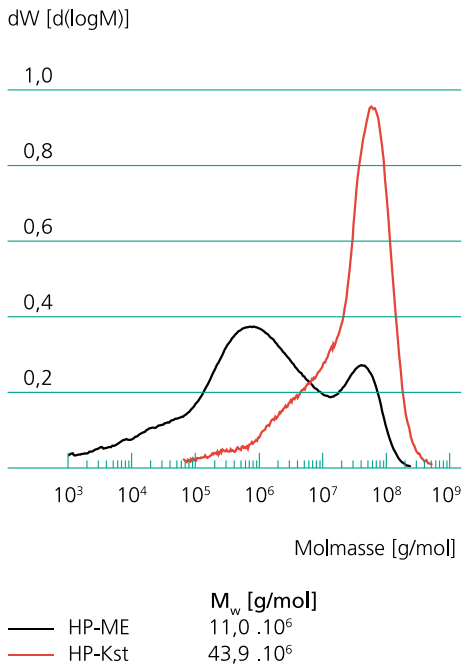


Bild 1 Molmassenverteilung von HP-Markerbsen- und Kartoffelstärke.

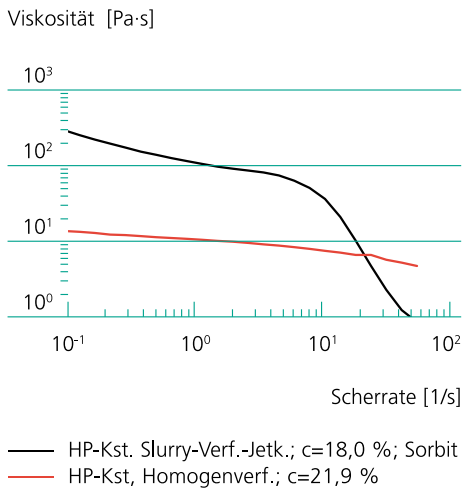


Bild 2 Vergleich des Fließverhaltens der Lösungen mit HP-Kartoffelstärke aus Slurry- und Homogen-Verfahren.

Probe (Mittelwert)	Dicke [µm]	σ_{\max} [MPa]	ϵ_{\max} [%]	σ_{Bruch} [MPa]	ϵ_{Bruch} [%]	E-Modul _{max} [MPa]
HP-Markerbsenstärke/Slurry	43,4	49,3	6,6	48,3	7,6	2668
HP-Markerbsenstärke/homogen	29,4	47,8	5,8	42,6	13,5	2550
HP-Kartoffelstärke/Slurry	71,2	16,8	3,99	10,5	24,4	813
HP-Kartoffelstärke/homogen	32,0	44,3	6,0	40,8	11,1	2400

ϵ Dehnung σ Zugfestigkeit

Tabelle 1 Mechanische Prüfung von HP-Stärke-Folien.

Wasserlöslichkeit von Hydroxypropyl (HP) -Stärken

Durch Hydroxypropylierung von Stärke wird die ursprüngliche teilkristalline Stärkekornstruktur weitestgehend aufgebrochen, so dass die Endprodukte in Wasser quellbar oder sogar löslich sind. Es können daher aus Hydroxypropylstärke (HP-Stärke) konzentrierte wässrige Lösungen hergestellt werden, die beim Gießen durch einen Spalt homogene Schichten bilden. Unter optimalen Trocknungsbedingungen entstehen daraus gebrauchsfähige Folien. Für eine marktfähige Produktentwicklung sollte geklärt werden, ob sowohl das Verfahren zur Hydroxypropylierung als auch der Amylosegehalt der Stärke die Qualität der Folien beeinflussen.

Herstellen homogener Lösungen

Stärke aus Kartoffel (20 % Amylose) und Markerbse (70 % Amylose) wurde in der Emsland-Stärke GmbH nach dem Slurry- und Homogen-Verfahren hydroxypropyliert. Während des Slurry-Verfahrens verblieb die Stärke im Kornzustand und konnte durch Waschen und Trocknung aufgearbeitet werden. Im Homogen-Verfahren entstand eine Lösung, die durch Ultrafiltration entsalzt und aufkonzentriert werden musste. Es besteht daher zwischen beiden Verfahrensprinzipien ein deut-

licher ökonomischer Unterschied. Für die Trockenprodukte der HP-Stärken aus dem Slurry-Verfahren wurde im Jetkocher bei 150 °C so aufgeschlossen, dass die Lösungen die erforderliche Konzentration von etwa 15 bis 20 Prozent aufwiesen. Für die Verarbeitung von HP-Kartoffelstärke aus dem Slurry-Verfahren war ein Zusatz von Sorbit notwendig. Die Herstellung der Folien nahm die Universal-Beschichtung GmbH in Wolfen auf einer Technikumsanlage vor. Für die physikochemische Charakterisierung der Gießlösung wurden die rheologischen Eigenschaften sowie die molekulare Zusammensetzung ermittelt. Zur rheologischen Charakterisierung wurden die hergestellten Lösungen direkt ins Kegel-Platte-System des Rheometers gegeben. Es wurden ihr Fließverhalten und durch Anwendung der Oszillation der viskose (Verlustmodul G'') und elastische Anteil (Speichermodul G') in Abhängigkeit von Frequenz und Schubspannung aufgenommen. Die Bestimmung der Molmassenverteilung erfolgte nach stufenweiser Verdünnung der konzentrierten Lösung mittels Gel-Permeations-Chromatographie (HP-GPC-MALLS). Die mechanische Prüfung der erhaltenen Folien führte das akkreditierte Prüflabor des Fraunhofer IAP aus.

Vergleich des Fließverhaltens

Die Molmassenverteilung der HP-Markerbsen- und Kartoffelstärke ist im Bild 1 dargestellt. Der Hauptpeak der HP-Markerbsenstärke wurde durch die enthaltene Amylose bestimmt und lag im Molmassenbereich von 1×10^5 bis 5×10^6 g/mol. Für HP-Kartoffelstärke als ein höher molekulares Produkt wurde der Hauptpeak im wesentlichen durch Amylopektin mit Molmassen

im Bereich von $5 \cdot 10^6$ bis $2 \cdot 10^8$ g/mol bestimmt. Welches der beiden Verfahren liefert die besseren rheologischen Eigenschaften? Die Unterschiede im Fließverhalten der Lösungen aus HP-Kartoffelstärke sind im Bild 2 dargestellt. Die Viskosität der Slurry-Probe ist bis zu einer Scherrate von 10 s^{-1} drastisch höher als die Probe aus dem Homogenverfahren. Es bestand bei der Slurry-Probe eine wesentlich größere Abhängigkeit der Viskosität vom Schergefälle und damit die Wahrscheinlichkeit einer größeren Auswirkung der Verarbeitungsbedingungen. Die Probe aus dem Homogenverfahren war viskositätsstabiler im Bereich für die Scherrate bis zu etwa 50 s^{-1} . Im Frequenzsweep wurden ebenfalls Unterschiede festgestellt. Die Werte für die Moduli aus dem Slurry-Verfahren waren höher und wiesen aus, dass elastische und viskose Anteile der Lösung etwa gleich groß waren. Die Probe aus dem Homogenverfahren enthielt einen viel niedrigeren elastischen Anteil. Vermutlich wurden diese Unterschiede durch enthaltene Überstrukturen in der Probe aus dem Slurry-Verfahren bedingt. So wies der Verlustwinkel der Probe aus dem Homogenverfahren höhere Werte auf und zeigte in der Abhängigkeit von der Frequenz eine Abnahme. Die rheologischen Eigenschaften der Lösungen der HP-Markerbsenstärken aus beiden Herstellungsverfahren zeigten die gleiche Tendenz.

Optimierte Herstellungsparameter

Für die Herstellung der Folien wurden Spaltbreiten zwischen 350 und 450 μm gewählt. Die Gießbreite betrug 250 mm, die Gießgeschwindigkeit 2,5 ml/min. Als Unterlage wurde eine 100 μm dicke Polyesterfolie verwendet. Die Temperatur betrug im

Gießbereich etwa 50 °C; in den nachfolgenden Trockenkammern 75 bis 79 °C, 106 bis 113 °C, 103 bis 107 °C und zuletzt 51 bis 60 °C. Die Folien wurden im Normklima equilibriert und mittels Zugversuch getestet.

Prüfergebnisse

Die Ergebnisse der Folienprüfung sind in Tabelle 1 gegenüber gestellt. Signifikante Unterschiede wurden zwischen beiden Stärkearten aus dem Homogenverfahren nicht gefunden. Die Zugfestigkeiten lagen bei Werten zwischen 40 und 50 Pa; für HP-Markerbsenstärke graduell höher als HP-Kartoffelstärke. Der notwendige Zusatz eines Weichmachers verminderte die Zugfestigkeit und erhöhte die Reissdehnung der Folie aus HP-Kartoffelstärke aus dem Slurry-Verfahren. Unterschiede in der Folienqualität wurden erst in der Lagerfähigkeit festgestellt. Die Folien aus HP-Kartoffelstärke veränderten sich zu ungleichmäßiger Schichtdicke und versprödeten zunehmend. Die Folien aus HP-Markerbsenstärke behielten ihre mechanische Festigkeit und Flexibilität über einen Zeitraum von Monaten.

Vergleich der Verfahren

Die Herstellung von Gießlösungen und Verarbeitung zu Folien von HP-Stärken ist prinzipiell möglich. Für HP-Kartoffelstärke aus dem Slurry-Verfahren ist ein Weichmacher erforderlich. Für hohe mechanische Festigkeit und Lagerstabilität sollte eine hochamylose Stärke bevorzugt werden. Wenn ein spezieller Anspruch an die Transparenz der Folien zu stellen ist, sollte das Homogenverfahren gewählt werden.

Kontakt



Dr. Waltraud Vorweg
Stärke/Molekulare Eigenschaften
Telefon: +49 (0) 3 31 / 56 8-1 09
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: vorweg@iap.fraunhofer.de

Förderung

Bundesministerium für Verbraucherschutz,
Ernährung und Landwirtschaft BMVEL
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V.

Kooperation

Ermsland-Stärke GmbH
Gesellschaft für Spezialfolien-Entwicklung mbH

Analytik von Stärke-Derivaten

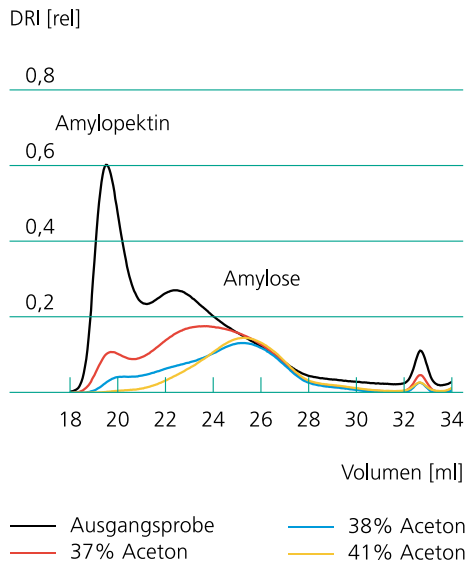


Bild 1 Chromatogramme von kationischer Kartoffelstärke und deren löslichen Fraktionen nach Fällmittelzugabe.

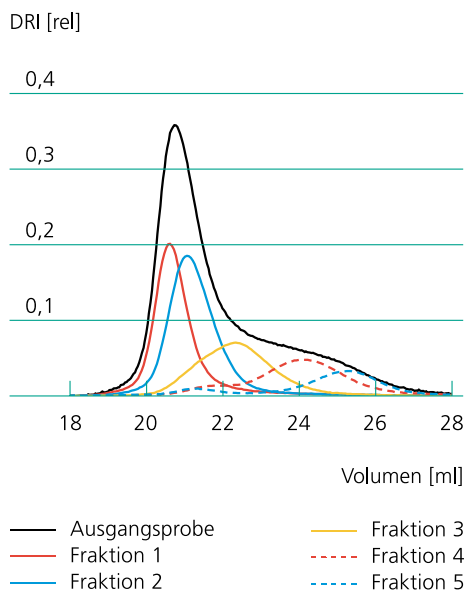


Bild 2 Chromatogramme von kationischer Kartoffelstärke und deren Molmassen-Fractionen nach semipräparativer GPC-Trennung.

Probe	Amylopektin	Amylose
F 5968C	0,70	0,75
F 5669	0,95	1,05
F 5792	0,97	1,10

Tabelle 1 DS-Werte von Amylose- und Amylopektinfraktion.

Einfluss der Substituenten und ihrer Verteilung auf Stärke-Eigenschaften

Die Stärke-Industrie stellt eine Vielzahl modifizierter Stärkeprodukte her. Die Anwendungen dieser Produkte werden bestimmt durch ihre physikalisch-chemischen Eigenschaften wie Gehalt an Stärkekornreststrukturen, Quellungs-temperatur und -enthalpie, Löslichkeit, Viskositätsbildung, Molmasse und Molmassenverteilung. Dies wurde für niedrigsubstituierte quarternäre kationische Kartoffelstärkederivate aus vier verschiedenen Verfahren im Jahresbericht 2000 beschrieben. Darüber hinaus haben auch Art und Gehalt der Substituenten und ihre Verteilung auf den verschiedenen strukturellen Ebenen einen Einfluss auf die Produkteigenschaften. Zur Analyse der Verteilung der Substituenten in einem Stärkederivat müssen verschiedene strukturelle Ebenen betrachtet werden.

- Stärkekorn (sofern die Struktur während der Derivatisierung erhalten geblieben ist)
- Verteilung zwischen kristallinem und amorphem Bereich. (Nach dem heutigen Kenntnisstand bildet hauptsächlich das Amylopektin die kristalline Struktur und ein Teil der Amylose ist darin eingebettet.)
- Verteilung zwischen Amylopektin und Amylose
- Abhängigkeit von der Molmasse
- Verteilung entlang der Polymerkette
- Verteilung innerhalb der Glucoseeinheit

Für die Untersuchung der Substituentenverteilung in Stärkederivaten wurden verschiedene Fraktionierungsmethoden entwickelt, die im folgenden mit ausgewählten Ergebnissen dargestellt werden.

Verteilung von Substituenten zwischen kristallinem und amorphem Bereich

Durch Hydrolyse von granulärer Stärke mit Salzsäure oder Schwefelsäure ist es möglich, überwiegend die amorphen Bereiche der Stärkekörner abzubauen und die kristallinen Bereiche zu erhalten (Naegeli-Dextrine). Nach der Hydrolyse sind insbesondere die amorphen Anteile in der Säure gelöst und die vornehmlich kristallinen Anteile bleiben als nicht-hydrolysiertes Rückstand übrig. Nach der Hydrolyse werden der Rückstand und löslicher Anteil getrennt und der Substitutionsgrad wird bestimmt. Eine Derivatisierung unter Erhalt der Stärkekornstruktur wird nach dem Slurry-Verfahren durchgeführt. Auch beim Semitrocken-Verfahren bleiben Stärkekornstrukturen teilweise erhalten. Aus dem Slurry-Verfahren kationisierter und hydroxypropylierter Kartoffelstärke mit niedrigen Substitutionsgraden (DS-Wert) wurden Naegeli-Dextrine hergestellt und die Substitutionsgrade von Ausgangsstärke und Rückstand nach Hydrolyse verglichen. Dabei wurde festgestellt, dass bei kationischen Stärken mit niedrigem DS die Substituenten homogen zwischen kristallinem und amorphem Anteil verteilt waren. Hydroxypropylstärken wiesen jedoch einen geringeren Anteil an Substituenten im kristallinen Rückstand nach der Hydrolyse auf.

Verteilung zwischen Amylose und Amylopektin

Amylopektin kann den Molmassenbereich von mehreren hundert Millionen bis zu einigen hunderttausend Gramm pro Mol abdecken. Amylose hat Molmassen zwischen zwei Millionen und einigen zehntausend Gramm pro Mol. Bei der

Fällungsfractionierung mit Ethanol oder Aceton aus wässriger Lösung fällt demzufolge zunächst der größte Teil des hochmolekularen Amylopektins aus und danach die Amylose. Die Bedingungen für die Fraktionierung nativer Stärken konnten nur bedingt übernommen werden, da neben der Molmasse mit einem Einfluss der Substituenten auf die Fraktionierung gerechnet werden musste. Kationische Stärkederivate konnten aus wässriger Lösung sehr gut mit Aceton ausgefällt werden. Durch Gel-Permeations-Chromatographie (GPC)-Analyse wurde die Zusammensetzung der Gesamtprobe mit der Zusammensetzung des Überstandes der Fällung nach Zugabe unterschiedlicher Fällmittelmengen verglichen. Bild 1 zeigt, wie durch stufenweise Erhöhung der Fällmittelmenge der Amylopektinanteil im Überstand der Fällung schrittweise verringert werden konnte. Eine andere Möglichkeit der Trennung in amylose- und amylopektinreiche Fraktionen gibt es für Stärkederivate, die unter Erhalt der Stärkekornstruktur produziert wurden. Bei der Quellung in Wasser geht bei Temperaturen zwischen 60 und 95 °C zunächst überwiegend die Amylose in Lösung, während das Amylopektin als hochgequollener Rückstand verbleibt. Bei niedrigsubstituierten kationischen Proben aus Umsetzungen im Kleister- oder Slurry-Verfahren konnten keine Unterschiede im Substitutionsgrad von Amylose und Amylopektin gefunden werden. Bei einer niedrig substituierten Kartoffelstärke (DS = 0,10) aus dem Semitrocken-Verfahren wurde festgestellt, dass die amylosereiche Fraktion mit einem DS-Wert von 0,12 höher substituiert war als die amylopektinreiche Fraktion mit einem DS-Wert von 0,09. Bei höhersubstituierten kationischen Kartoffelstärkeproben aus dem Slurry-Verfahren (DS > 0,7) wurde

gefunden, dass die Amylose höher substituiert vorlag, als das Amylopektin. Der Unterschied im DS-Wert zwischen den beiden Fraktionen war umso größer, je größer der Gesamtsubstitutionsgrad war (Tabelle 1).

Substitutionsgrad in Abhängigkeit von der Molmasse

Stärkederivate haben oft einen sehr breiten Molmassenbereich. Durch semipräparative GPC können Fraktionen mit unterschiedlichen Molmassen im Milligramm-Maßstab gewonnen werden. Diese lassen sich hinsichtlich ihres Substitutionsgrades charakterisieren. So kann nachgewiesen werden, ob bei einer Derivatisierung eine homogene oder heterogene Verteilung der Substituenten bezüglich der Molmasse erreicht wurde. Bild 2 zeigt am Beispiel einer niedrig substituierten kationischen Kartoffelstärke die Chromatogramme von Ausgangsprobe und von den Fraktionen unterschiedlicher Molmasse, und in Tabelle 2 sind die Molmassen und Substitutionsgrade zusammengestellt. Bei diesem Derivat konnte eine homogene Verteilung der Substituenten bezüglich der Molmasse festgestellt werden.

Probe	M_w [10^6 g mol^{-1}]	Anteil [Gew. %]	DS-Wert
Ausgangsprobe	33,0	100,0	0,10
Fraktion 1	80,0	25,9	0,10
Fraktion 2	45,0	29,9	0,10
Fraktion 3	13,8	18,8	0,10
Fraktion 4	3,9	15,7	0,10
Fraktion 5	1,5	9,7	0,08

Tabelle 2 Molmassen und Substitutionsgrade von GPC-Fraktionen einer kationischen Kartoffelstärke.

Kontakt



Dr. Sylvia Radosta
Dr. Waltraud Vorweg
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-16 08
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-31 63
E-Mail: radosta@iap.fraunhofer.de

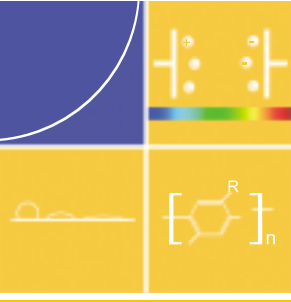
Förderung

Bundesministerium für Verbraucherschutz,
Ernährung und Landwirtschaft, BMVEL
Fachagentur Wachsende Rohstoffe
Förderkennzahl 97NR153

Kooperation

Südzucker AG, Mannheim/Ochsenfurth
Emiland-Stärke GmbH, Emlichheim

Funktionale Polymersysteme



Das Institut

Life Science

Native Polymersysteme

Funktionale Polymersysteme

Optische und elektrische Bauelemente

Beschichtungen und Oberflächen

Anti-Bakterielle Beschichtungen

Sonnenschutz für Holz

Tiefrote organische Leuchtdioden, OLEDs

Licht als Werkzeug

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse

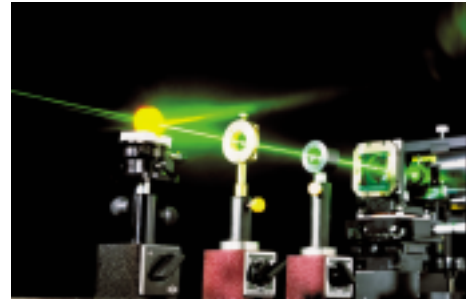
Optische und elektrische Bauelemente



Polytronik — Elektronik mit Kunststoffen

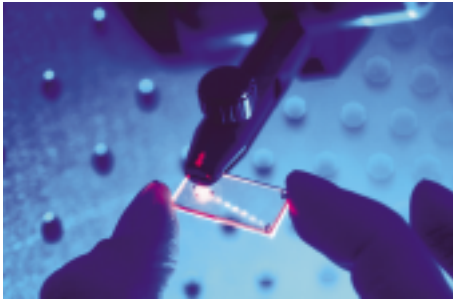
Für den Nobelpreisträger Alan Mac Diarmid, einen der Erfinder »synthetischer Metalle« steht fest: Das Zeitalter der Kunststoff-Elektronik ist angebrochen! Als Isolationsschicht, Systemträger, Kapselmaterial oder Klebstoff sind Polymere schon lange nicht mehr wegzudenken. Jetzt erobern sie auch aktive Komponenten: Displays, Stromquellen und integrierte Schaltkreise ermöglichen z.B. Mikrosensoren in der Kleidung, Einweg-Schaltkreise auf Papier oder intelligente Etiketten. Sie vereinen die einfache und schnelle Verarbeitung von Kunststoffen mit High-Tech-Funktionen, die bisher nur mit der Siliziumtechnik zu erreichen waren. Dadurch ergänzen sie die klassische Halbleitertechnik in Bereichen bei denen es nicht auf eine hohe Leistung, sondern auf eine möglichst preiswerte Elektronik ankommt, die in großen Stückzahlen produziert werden kann. Neue Devicetechnologien ermöglichen extrem flache, flexible und kostengünstige Bauformen. Am Fraunhofer IAP synthetisieren und verarbeiten wir Funktionspolymere mit folgenden Eigenschaften:

- Konjugierte Polymere besitzen halbleitende Eigenschaften
- Elektrolumineszierende Polymere leuchten durch Stromzufuhr
- Photovoltaische Materialien wandeln Licht in elektrische Spannungen
- Piezoelektrische Polymere wandeln Druck und Schwingungen in elektrische Spannungen
- Polymere Elektrete speichern elektrische Ladungen



Organische Displays und Polymere Transistoren

Flüssigkristallanzeigen (LCDs) dominieren den derzeitigen Displaymarkt. Allerdings können Blickwinkel, Helligkeit, Kontrast, und Farbsättigung noch nicht an klassische Röhrentechniken heranreichen. Polymere Elektrolumineszenz-Displays benötigen keine Hintergrundbeleuchtung und bieten aus jedem Blickwinkel ein brillantes Bild. Die Anwendungen reichen von einfachen Anzeigesegmente über Displays in Haushaltsgeräten, Elektronik und Autos über Hintergrundbeleuchtungen, Hinweistafeln bis zu hochauflösenden Farbdisplays. Derzeit werden in Displays vorwiegend konjugierte Polymere eingesetzt. Leider deckt diese Materialklasse nicht das gesamte Farbspektrum ab. Am Fraunhofer IAP wurde ein nicht-konjugiertes Polymermaterial entwickelt, das im tiefroten Bereich emittiert. Dazu integrierte man Fluoreszenzfarbstoffe direkt in eine Polymermatrix. Wir stellen Symbolanzeigen, invertierte Strukturen und Passiv-Matrix-Displays her. Am Fraunhofer IAP werden außerdem elektronenleitende Polymere für Transistoren, bipolare Diodenstrukturen und organische Feldeffekttransistoren synthetisiert. Sie sind die Voraussetzung für eine druckbare Elektronik.



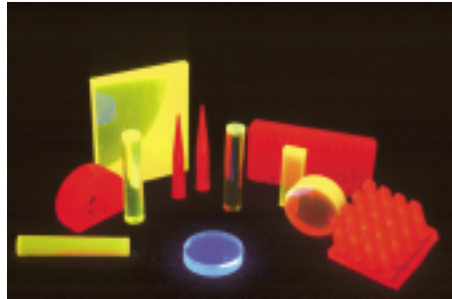
Piezomaterialien und Elektrete

Industrielle Umformungsmaschinen für Metallteile wie Autotüren müssen unter hohen Belastungen präzise funktionieren. Piezoelektrische Polymerfolien liefern In-Situ-Druckmessungen. Durch eine hohe Dichte an Messpunkten erreicht man eine ortsaufgelöste Messung. Elektrete werden in Aktoren und Wandlern eingesetzt.

Lichtsensitive und -emittierende Polymersysteme

Das Photon wird das Elektron in der Informationstechnologie ablösen. Dafür werden Materialien benötigt, die sich durch Licht mikrostrukturieren lassen. Andere »Intelligente« Polymere oder supramolekulare Systeme reagieren auf externe Stimuli beispielsweise als Photoleiter, Sensoren, optische Speicher oder photorefraktive Elemente in der Spektroskopie, Robotik, Qualitätskontrolle und Sensorik. Die klassische Photochemie nutzt im wesentlichen Stoffumsatz. Wir dagegen entwickeln aktive Polymersysteme, die durch lichtinduzierte Dynamik reversible Strukturen in dünnen Filmen ausbilden.

- Photochrome Polymere können optische Daten reversibel und irreversibel speichern — sowohl digital als auch holographisch



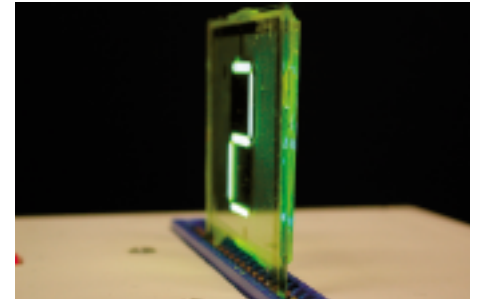
- Anisotrope photosensitive Polymerfilme orientieren calamitische und diskotische Flüssigkristalle in Displays und optischen Komponenten
- Lumineszierende Polymere emittieren winkelnunabhängig
- Fluoreszierende Polymere verschieben die Wellenlängen des Lichtes

Neue Speichermedien

Die Holographie steigert die Dichte optischer Datenspeicher auf etwa das 1000-fache herkömmlicher CDs. Durch parallele Speicherung sind extrem schnelle Zugriffszeiten möglich (Transferraten von Gigabytes und Zugriffszeiten unter 1 ms). Im Prinzip ist technisch für die Anwendung der Holographie im großem Maßstab alles vorhanden, aber es fehlt das geeignete Speichermedium. Durch Photoorientierungsprozesse können sehr hohe Werte optischer Anisotropie im Glaszustand photochromer Polymere induziert werden — reversibel, langzeitstabil, mit hoher Auflösung, als Graustufen und Mikrostruktur. Pixel unterschiedlicher Doppelbrechung enthalten mehr Informationen als binäre Zustände.

Optische Komponenten für Displays

Etwa 30 Prozent der Herstellungskosten von Flüssigkristalldisplays entfallen auf optische Komponenten, wie Polarisatoren und Farbfilter. Von uns



entwickelte Materialien und Verfahren modulieren Licht in Displays. Einige dieser optischen Komponenten beruhen auf dem von uns entdeckten Effekt der kooperativen Photoorientierung in polymeren Gläsern und der Verstärkung der lichtinduzierten Anisotropie durch Selbstorganisation flüssigkristalliner Polymere.

Piezoelektrische Polymere auf elektronischen Schaltkreisen

Am Fraunhofer IAP entstehen effiziente Bauelemente für Sensorzwecke, indem ferroelektrische Polymere aus der flüssigen Phase auf elektronisch strukturierte Platinen aufgebracht werden. Nach diesem Prinzip werden Multielement-Wandler beliebiger Geometrien entwickelt für Anwendungen in der Medizin, Druck- und Informationstechnik.

Laserstäbe für die Messtechnik

In Farbstofflasern sind optisch aktive Fluoreszenzmoleküle in Flüssigkeiten gelöst. Die hohe Wärmeentwicklung während des Betriebs wird durch Umpumpen abgeführt. Die Handhabung dieser Flüssigkeiten ist jedoch oft unerfreulich. Wir stellen Polymerfestkörper in unterschiedlichen Geometrien für Laseranwendungen her.

Beschichtungen und Oberflächen



Funktionale Beschichtungen

Neben Bauelementen spielen Beschichtungen aus intelligenten Polymermaterialien eine große Rolle, denn oft bestimmt die Oberfläche die Gebrauchseigenschaften. Wir untersuchen sowohl organische und anorganische Additive mit photobiozider Wirkung, Ultraviolett-Stabilisatoren, Fluoreszenzfarbstoffe und Pigmente als auch deren Einbau in eine Matrix aus Lacken oder Hydrogelen.

Chromogene polymere Hydrogele

Chromogene Materialien ändern Farbe und Transparenz in Abhängigkeit der Temperatur, der elektrischen Spannung, des Drucks oder durch Licht. Sie lassen sich also durch äußere Reize zielgerichtet steuern. Schaltbare Hydrogele — Polymernetzwerke im wässrigen Medium — ändern umkehrbar ihre optischen Eigenschaften unter äußeren Einflüssen. Für die Anwendung dieser Materialien in der Solartechnik, Gebäudearchitektur, Kraftfahrzeug- und Informationstechnik muss die Schichtdicke der Gele konstant bleiben. Wir entwickeln Prototypen in folgenden Bereichen:

- Sonnenschutzblende zur Reduzierung der Klimatisierungsenergie in Gebäuden mit großen Glasflächen
- Temperaturindikatoren/Farbfilter

Es werden zwei Ansätze verfolgt:

1. Wasserklare thermotrope Materialien trüben sich unter Erwärmung und reflektieren die Wärmestrahlung. Eine Markteinführung wird in drei Schritten umgesetzt. Nach erfolgreicher Entwicklung der Materialien als ökonomische Licht- und Wärmefilter entstehen Prototypen für eine solarge-

steuerte Verglasung. Schließlich kann mit einem geeigneten Industriepartner die Technologie für innovative Produkte skaliert werden.

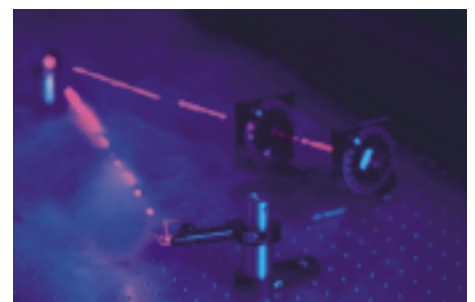
2. Reversible Farbwechsel von thermochromen Polymeren sind seit langem bekannt als Temperaturanzeigen. Leider fehlt den jetzigen kommerziellen Anwendungen die nötige Transparenz. Der marktübliche Preis von 500 Euro pro Quadratmeter beschränkt die Anwendung bisher auf teure Brillen oder Rückspiegel und Schiebedächer von Limousinen. Durch gezielte Strukturkombinatorik konnten wir erstmals transparente Hydrogele herstellen, die im Temperaturbereich zwischen -20 und 80 °C die Farbe ändern.

Fluoreszenzschichten für berührungslose Temperaturmessung

Einige Farbstoffe ändern ihre Fluoreszenz bei Temperatur oder Druck. Durch entsprechende Beschichtung kann die Temperatur- oder Druckverteilung über die emittierte Strahlung aus Entfernung bestimmt werden. So ermittelt man beispielsweise Belastungen von Tragflächen im Windkanal.

Lichtschutz für Holz

Holzfenster und -fassaden sind wieder beliebt. Doch wie kann man sie nachhaltig vor schädlichen Lignin abauendem Licht schützen? Kommerzielle



Holzschutzlacke absorbieren bestenfalls den UV-Anteil des Lichts. Aber auch sichtbares Licht unter 440 nm greift Holz an. Wir entwickeln transparente Additive, die zwischen 400 und 440 nm adsorbieren. Die entsprechenden Lacke sollen außerdem langzeitstabiler sein.

Neue Funktionen durch Oberflächentechnik

Als Querschnittstechnologie verbessern Oberflächenbehandlungen Produkteigenschaften in zahlreichen Sektoren: Durch Plasmabehandlung werden Oberflächen kratzfest, wasserabweisend oder -aufsaugend ausgerüstet werden. Außerdem lassen sie sich mikrostrukturieren oder klebstofffrei verbinden. Photochemische Prozesse erlauben die Änderung von Oberflächeneigenschaften und deren Strukturierung. Da das Material nur in einer Tiefe von Mikro- bis Nanometern bearbeitet wird, bleiben die Festkörpereigenschaften wie Festigkeit, Belastbarkeit und Elastizität erhalten.

Klebstofffrei verbinden

Ein Projekt aus der Biomedizin befasst sich mit klebstofffreiem Bonden von Polymeren. In der Mikrofluidik werden mikrometerfeine Strukturen auf transparente Kunststoffträger eingepägt. Jeder Kleber würde die feinen Kanäle für Serum undefiniert verkleinern oder

gar verschließen. Nach einer Oberflächenfunktionalisierung können die Kunststoffteile ohne Klebstoffe direkt aufeinander gepresst werden und sind dann nicht mehr zu trennen. Zusammen mit Jenoptik Mikrotechnik entwickelten wir ein patentiertes Verfahren.

Ortsaufgelöste Gasphasenabscheidungen

Chemische Gasphasenabscheidung ist eine bewährte Technik um große Flächen gleichmäßig mit einer dünnen chemischen Schicht zu überziehen. Uns gelang es, diese Methode mit feinen Kapillaren für eine ortsaufgelöste Abscheidung zu modifizieren. Mit einem dünnen Strahl ließen sich die Kapillarwände von Fluidikchips funktionalisieren oder Lichtwellenleiter auf ein Substrat »schreiben«. Auch die Mikromechanik könnte davon profitieren um kleinste mechanische Komponenten wie Zahnräder reibungsmindernd zu beschichten.

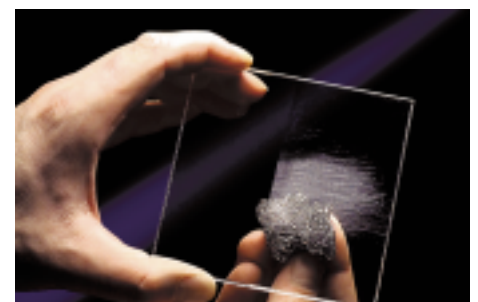
Optische Oberflächengitter durch Laserbestrahlung

Durch resonante Bestrahlung dünner photochromer Polymerfilme mit Azobenzengruppen bilden sich Oberflächenreliefgitter. Das Interferenzmuster eines kohärenten Argon-Laserstrahls erzeugt unterhalb der Glastemperatur ein sinusoidales Ober-

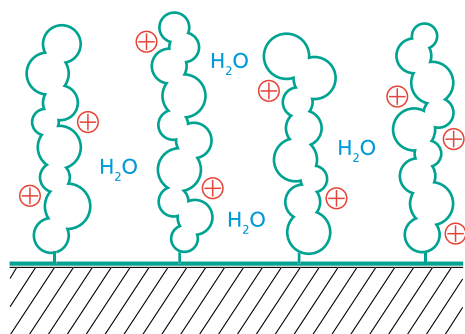
flächenprofil mit Amplituden von einigen Nanometern bis zu 3 Mikrometern und Gitterkonstanten bis zu 10 Mikrometern. Dadurch werden Diffraktionswerte von 70 bis 90 Prozent erreicht. Die Oberflächengitter sind unterhalb der Glastemperatur langzeitstabil und können durch Erwärmen über die Glastemperatur gelöscht werden. Danach ist ein erneuter Einschreibprozess möglich. Sie können auch bei veränderten Bestrahlungsbedingungen überschrieben werden, wodurch man überlagerte Gitter erhält. Mikrolithographische Entwicklung ist bei diesem Verfahren nicht erforderlich.

Oberflächenanalytik

Die feinen Oberflächenbearbeitungen stellen höchste Anforderungen an die Nachweisteknik. Wir verfügen daher über eine ausgefeilte chemische und mikroskopische Oberflächenanalytik. Wir führen Kontaminationsanalysen von Metallen und Kunststoffen durch sowie Analysen von Beschichtungen und Membranen. Anwendungstests von Ultrabarrieren stehen an vorderster Front der technischen Entwicklung.



Anti-Bakterielle Beschichtungen



Schema 1 Anti-Mikrobielle Beschichtungen aus Polyammoniumsalzen.



Bild 1 Petrischalen mit gelb gefärbten Kolonien des Gram-positiven Bakteriums *Micrococcus luteus*, einem Testorganismus, der auf der Hautoberfläche bei Menschen oder in der Luft zu finden ist. Die Buchstaben bestehen aus antibakteriell beschichteter Polyethylen-Folie und wurden nicht besiedelt. Antimikrobielle Beschichtung: Fraunhofer IAP mikrobiologische Bewertung: Fraunhofer IGB.

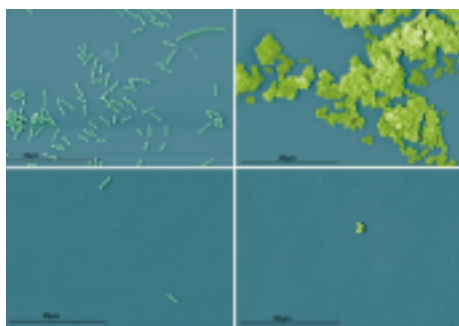


Bild 2 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von unbehandelten (obere Bildhälfte) und antimikrobiell beschichteten (untere Bildhälfte) Polyethylen-Folien. Nachgewiesen wurde die Wirksamkeit gegen die Bakterienstämme *Micrococcus luteus* (Gram-positiv) und *Escherichia coli* (Gram-negativ). Bild: Fraunhofer IGB.

Anti-Mikrobielle Beschichtungen aus Polyammoniumsalzen

Filter in Klimaanlage, Verbandmaterial, Katheter, Krankenhaustextilien, Sitzbezüge in öffentlichen Transportmitteln, Trinkwasserbehälter oder Verpackungsfolien — sie alle sollen möglichst steril sein und auch bleiben, obwohl sie einer ständigen Invasion von Mikroorganismen ausgesetzt sind. Bei herkömmlichen antimikrobiellen Ausrüstungen werden die Produkte häufig mit Lösungen von niedermolekularen keimabtötenden Substanzen imprägniert. Viele dieser Biozide sind umstritten, da sie nicht nur Mikroorganismen abtöten, sondern auch für den Menschen giftig sind und bei empfindlichen Personen allergische Reaktionen auslösen können. Im Vergleich zu vielen niedermolekularen Bioziden sind Polyammoniumsalze für den Menschen gut verträglich. Polyammoniumsalze sind bakterienabweisend, d.h. sie verhindern die Ansiedlung von Bakterienkulturen. Die antibakterielle Wirkung von gelösten Polyammoniumsalzen wird technisch bisher z.B. in Kosmetika genutzt.

Wirkstoff wird fest auf der Oberfläche gebunden

Im Rahmen des Themenverbunds »Polymere Oberflächen POLO« der Fraunhofer-Gesellschaft haben wir zwei Strategien zur antimikrobiellen Beschichtung von Oberflächen mit Polyammoniumsalzen entwickelt. Beiden Strategien ist gemeinsam, dass die Wirkstoffe auf der Oberfläche kovalent gebunden sind und daher nicht unkontrolliert freigesetzt oder mit der Zeit ausgewaschen werden (Bild 1). Strategie 1: Zunächst wird die zu beschichtende Oberfläche in einem

Plasma (elektrische Entladung) aktiviert und dann ein antimikrobielles Monomer in wässriger Lösung pfpfropfpolymert. Als antimikrobielle Monomere können folgende Substanzen mit quaternärer Ammoniumgruppe eingesetzt werden:

- Methacrylate, wie Methacryloyl-O-ethyl-trimethylammoniumchlorid (MADAM) oder Methacryloyl-O-ethyl-benzyl-dimethyl-ammoniumchlorid (MADAM BQ)
- Vinylbenzylammoniumsalze
- Diallyldimethylammoniumchlorid (DADMAC)

Strategie 2: Copolymere werden auf der reaktiven Oberfläche chemisch angekoppelt. Sie bestehen aus einem Monomer mit quaternärer Ammoniumgruppe und einem Monomer mit kopplungsfähiger Gruppe. Hierfür eignen sich beispielsweise Copolymere aus DADMAC als antimikrobiellem Monomer und einem Comonomer mit kopplungsfähiger Hydroxylgruppe. Diese Copolymere lassen sich mit Hilfe eines Carbonsäuredichlorids auf einem reaktiven Substrat immobilisieren.

Mikrobiologische Wirksamkeit der Beschichtungen

Die mikrobiologische Wirksamkeit wurde an beschichteten Polyethylen-Folien am Fraunhofer-Institut für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik IGB in Stuttgart nachgewiesen. Zur mikrobiologischen Bewertung wurden zunächst Kolonien der Bakterienstämme *Micrococcus luteus* (Gram-positives Bakterium) und *Escherichia coli* (Gram-negatives Bakterium) jeweils in einem geeigneten Flüssig-Nährmedium kultiviert. Bei Bedarf wurde den Nährmedien zur Verfestigung Agar zugesetzt. Die beschichteten Folien wurden dann in das Flüssig-Nährmedium gelegt. Nach 24 Stunden wurde die Adhäsion bzw. das Wachstum der Bakterien auf der Folienoberfläche untersucht. Bild 1 zeigt Petrischalen mit gelb gefärbten Kolonien von *Micrococcus luteus*. Auf den mit Poly-DADMAC beschichteten PE-Folien ist kein Bakterienbewuchs zu sehen. Mit der Rasterelektronenmikroskopie (REM) konnte die Besiedelung mit den Bakterien exakter untersucht werden. Bild 2 zeigt REM-Aufnahmen von unbeschichteten Polyethylen-Folien (obere Bildhälfte) und von mit Polyammoniumsalzen beschichteten Polyethylen-Folien (untere Bildhälfte) nach Inkubation in einem Nährmedium mit *Micrococcus luteus*- bzw. *Escherichia coli*-Bakterienkolonien. Auf den beschichteten Folien sind nur sehr vereinzelt Bakterien zu erkennen, d.h. die beschichteten Oberflächen weisen die Bakterien fast vollständig ab.

Eigenschaften der antimikrobiellen Beschichtungen

Die so beschichteten Oberflächen sind hydrophil (Wasserkontaktwinkel 30 - 40°) und bakterienabweisend. Aufgrund ihres hydrophilen Verhaltens verhindern sie ein Beschlagen der Oberfläche in feuchter Atmosphäre. Gleichzeitig vermindern die Beschichtungen den Reibungskoeffizienten des Substrats. Die Schichten sind nur wenige Nanometer dick. Dies entspricht einer benötigten Wirkstoffmenge von einigen Milligramm pro Quadratmeter. Zum Imprägnieren mit herkömmlichen antimikrobiellen Substanzen werden mindestens einige Gramm pro Quadratmeter eingesetzt. Durch die sehr geringe Schichtdicke bleiben die Materialeigenschaften wie mechanische Festigkeit, Farbe oder optische Transparenz unverändert. Die Beschichtungen sind zudem resistent gegen verschiedene Umgebungseinflüsse, wie Temperaturen bis mindestens 100 °C, organische Lösungsmittel und Einwirkung von Salzsäure.

Kontakt



Dr. Jörg Thomé
 Dr. Andreas Holländer
 Telefon +49 (0) 331 / 56 8-14 06
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-31 48
 E-Mail: thome@iap.fraunhofer.de

Förderung

Fraunhofer-WISA
 »Polymere Oberflächen POLO«

Kooperation

Fraunhofer-Verbund
 »Polymere Oberflächen POLO«

Patentanmeldung

»Verfahren zur Verminderung der Bakterienadhäsion auf Oberflächen«
 J. Thome, A. Holländer, W. Jaeger,
 M. Hahn, I. Trick

Sonnenschutz für Holz

Extinktion nach Bestrahlung [%]
(relativ zum Ausgangswert)

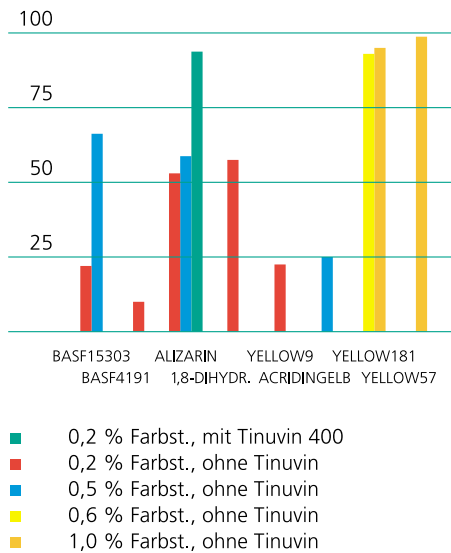


Bild 1 UV-Stabilität von Farbstoffen in UV-Lack.

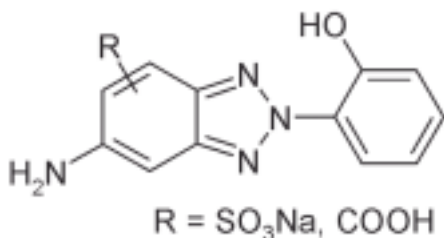


Bild 2 Struktur der synthetisierten Benzotriazole.

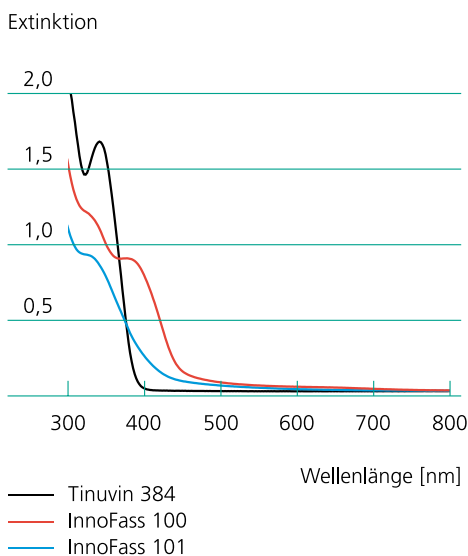


Bild 3 Absorptionskurven der neuen Produkte im Vergleich mit einem kommerziellen Benzotriazol.

UV-Stabilisierungskonzept für transparente Holzbeschichtungen

Im Rahmen des Fraunhofer-Projekts »Innovative Fassadenbeschichtung«, befassen sich zwei Fraunhofer-Institute mit UV- und Lichtschutz von Holz. Gemeinsam mit dem Fraunhofer WKI für Holzforschung in Braunschweig sollen neue transparente und langlebige Beschichtungen für Holzfassaden, Holzfenster und andere Holzanwendungen im Außenbereich erarbeitet werden. Am Fraunhofer IAP sucht man nach UV-stabilen Additiven, die durch Absorption im langwelligeren UV und violetten Spektralbereich den Ligninabbau im Holz verhindern. Dieser Abbau führt sonst zu unerwünschter Ablösung der Holzbeschichtung. Für den UV-Schutz im Spektralbereich von ca. 330 nm bis 390 nm kommen kommerzielle UV-Absorber, wie z.B. Tinuvin 384-2 oder Tinuvin 400 in Frage, die gegenüber UV-Bestrahlung stabil sind und das Holz vor UV-A-Strahlung schützen. Strahlung des violetten Spektralbereichs führt ebenso zum Holzabbau. Neben den Tinuvinen untersuchen wir organische Verbindungen und Metallkomplexfarbstoffe, die in diesem Bereich absorbieren. Zur Feinabstimmung des Absorptionsbereiches wurden Benzotriazole chemisch modifiziert und untersucht.

Schichtherstellung und UV-Bestrahlung

Für die spektroskopische Charakterisierung und erste UV-Tests wurden Polymethylmethacrylat (PMMA)-Schichten mit Farbstoff- bzw. UV-Absorbergehalten von 0,2 bis ein Prozent hergestellt, indem die Additive als Pulver oder in gelöster Form einer PMMA-Lösung zugesetzt, mit Ultraschall

homogenisiert und auf Glassubstrate verteilt wurden. Die Lösungsmittel verdampften durch Tempern bei 80°C. Als weiteres Matrixmaterial wurde ein kommerzieller UV-vernetzender Urethan-Acrylat-Holzlack (UV-Lack 4F) verwendet. Die Farbstoffe und UV-Absorber wurden gelöst und dem Urethan-Acrylat-Monomergemisch zusammen mit dem Photoinitiator (z.B. Irgacure) zugesetzt und homogenisiert. Die aufgetragene Beschichtung vernetzte in einem UV-Bestrahlungsgerät der Firma Helios Apparatebau Jena mit UV-C und UV-A-Strahlung und einem geringen Anteil weißem Licht (360 W Strahlungs-Gesamtleistung). Die Bestrahlungszeit betrug 15 min.. Die Schichten mussten bis zu einer Stunde aushärten, wenn sowohl Farbstoffe als auch UV-Absorber in die Matrix eingelagert wurden.

UV-Screening von Farbstoffen

Die Bestrahlungstests wurden in einem Gerät mit 10 UV-A-Leuchtstoffröhren von je 36 Watt durchgeführt (Emission bei 360 nm und 410 nm). Die Bestrahlungsdauer betrug 100 Stunden. Die Extinktionen der mit den Farbstoffen und UV-Absorbern dotierten Schichten vor und nach der Bestrahlung wurden verglichen als Maß für den Abbau. Einige Anthrachinon-Derivate, Acridin und ein BASF-Farbstoff haben bereits ohne Zusatz von UV-Absorbern mit Tinuvin 384-2 und Tinuvin 400 vergleichbare Stabilität. Ihre Extinktion fällt um weniger als 5 Prozent nach 100 Stunden UV-A-Bestrahlung ab. Sehr gute UV-Stabilitäten wurden auch mit der Einlagerung von Metallkomplex-Farbstoffen erzielt (Tabelle 1). Verwendet man Yellow 57 und Yellow 181 in UV-Lack 4F, liegt die Transmission der Lacke nach 100 Stunden UV-Bestrahlung im violetten Bereich

unter einem Prozent. Die untersuchten Farbstoffe decken den Spektralbereich von 350 nm bis 500 nm ab.

Erhöhung der UV-Stabilität von Farbstoffen

Die UV-Stabilität der Farbstoffe in den Schichten wird in vielen Fällen durch den Zusatz von UV-Absorbern wie Tinuvin 384-2 und/oder Tinuvin 400 beträchtlich vergrößert, z.B. bei 1,8-Dihydroxy-Anthrachinon und Yellow 9. Die verwendeten Tinuvine zeigten unterschiedliche Wirkung als Farbstoff-Stabilisatoren: Als besonders geeignet erwies sich das Tinuvin 384-2. Auch im UV-Lack 4F kann durch Zusatz von UV-Absorbern die Stabilität der Farbstoffe erhöht werden. Auch die Farbstoffkonzentration beeinflusst die UV-Stabilität. Niedrige Konzentrationen zeigten im UV-Lack 4F oft nur geringe Lebensdauer (Bild 1). Eine Erhöhung der Konzentration führt — in unterschiedlichem Maße — zu besserer UV-Stabilität. Die besten Stabilitäten erreichten wir bei Konzentrationen von 0,6 bis ein Prozent.

Maßgeschneiderte Verbindungen für innovative Holzschutzanstriche

Zur weiteren Optimierung der Additive für hochtransparente Holzschutzlacke führten wir Entwicklungsarbeiten für maßgeschneiderte Verbindungen durch, die einen zusätzlichen Schutz vor dem violetten Anteil des Sonnenlichts (etwa 380nm - 440nm) bewirken. Kriterien für die Zielverbindungen waren:

- geeignete spektrale Lage der Absorptionsbande(n)
- hohe Lebensdauer (gegebenenfalls mit Stabilisator)

- möglichst geringe Eigenfärbung (steile Absorptionskurve auf der »langwelligen« Seite)
- hohe Extinktion

Einige Benztriazole stabilisieren im UV-Bereich exzellent bis etwa 380 nm. Durch chemische Modifikation ist eine bathochrome Verschiebung der Absorptionswellenlänge ohne Verringerung der Stabilität zu erwarten. Kommerzielle Benztriazole konnten wegen ihrer Reaktionsträgheit nicht direkt derivatisiert werden (z.B. durch Sulfonierung). In einer 3-Stufensynthese stellten wir zwei neuartige Benztriazole (Bild 2) her. Ein diazotiertes Phenol wurde mit einem Diaminobenzolderivat gekoppelt. Durch oxidativen Ringschluss zum Benztriazol und anschließende chromatografische Reinigung erhielten wir die Produkte. Die Absorptionskurven (Bild 3) zeigen insbesondere beim Carboxylderivat die Verschiebung der Absorption in den gewünschten Bereich.

Farbstoff	UV-Stabilität	Absorp. Max. [nm]	Extinktion in Max.
Yellow Y-181	++ / +++	363/438	0,85/0,6
Yellow Y-57	++++	410/445	0,6
Yellow Y-118	++ / +++	410/443	^{*)} 1,2
Spritzgelb	++++	415/443	0,7
Levaderm	+	413	0,3

Abnahmen nach 100 h UV: + ... 20–30%; ++ ... 10–20%; +++ ... 5–10%; ++++ ... ≤ 5%.
Konzentration: 1% (bei ^{*)} 3,75%). Dicke: 30 µm.

Tabelle 1 Screening: Metallkomplex-Farbstoffe.

Kontakt



Dr. habil. Rudi Danz
 Dr. Andreas Büchtemann
 Dr. habil. Werner Jaeger
 Dr. Jörg Bohrisch
 Dipl.-Chem. Thomas Schimmel
 Telefon +49 (0) 331 / 56 8-19 18
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
 E-Mail: buechte@iap.fraunhofer.de

Förderung

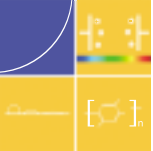
Fraunhofer WISA-Projekt
 »Innovative Fassadenbeschichtung«

Kooperation

Fraunhofer WKL für Holzforschung, Braunschweig
 Fraunhofer-Institut für Silikatforschung, Würzburg
 Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme, Freiburg
 Fraunhofer-Institut für Bauphysik, Holzkirchen
 Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik, Braunschweig

Patente

Europäische Patentanmeldung
 »Holzbeschichtung«
 PCT/DE00/03096
 Holzbeschichtung
 S. Friebe, R. Danz

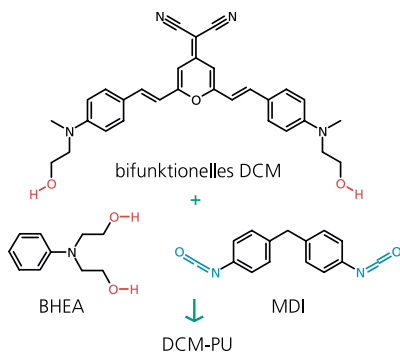


Tiefrote organische Leuchtdioden, OLEDs

Polymer	Molverhältnis DCM / BHEA	L [Ma%]	G [cd/m ²]
PU homo	1 / 0	66,4	20
PU 1:1	1 / 1	42,0	30
PU 1:4	1 / 4	20,0	164
PU 1:8	1 / 8	11,8	162
PU 1:10	1 / 10	9,8	190
PU 1:15	1 / 15	6,8	25

L Leuchtstärke G DCM-Gehalt

Tabelle 1 Synthetisierte Polymermaterialien.



Schema 1 Synthese der Polymermaterialien.

Leuchtstärke [cd/m²]

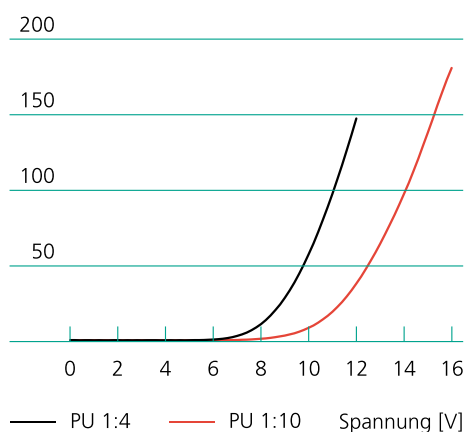


Bild 1 Leuchtstärke-Spannungs-Kennlinien von DCM-PU basierten Leuchtdioden.

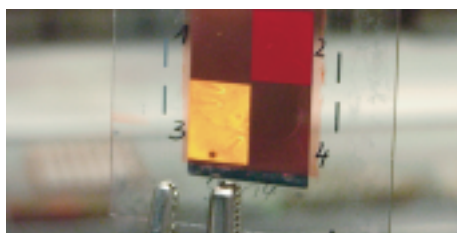


Bild 2 Testdevice mit MEH-PPV (links unten) und DCM-PU (rechts oben).

Organische Polymere für OLEDs

Konjugierte Polymere stehen heute an der Schwelle ihrer industriellen Verwertung in der Displaytechnik. Erste Displays werden von verschiedenen Firmen bereits angeboten. Internationale Forschungsteams arbeiten an folgenden Optimierungen:

- Verbesserung der Lebensdauer
- Erhöhung der Leuchtstärke
- Aufbau auf flexiblen Substraten

Organische Polymere stehen dabei in harter Konkurrenz zu den organischen Aufdampfschichten und den klassischen Halbleitermaterialien. Polymerschichten zeichnen sich jedoch durch zwei wesentliche Vorteile aus: Sie lassen sich einfacher verarbeiten und ermöglichen den Aufbau von flexiblen, aufrollbaren Displays. Am Fraunhofer IAP werden neue organische Polymere entwickelt und charakterisiert sowie Devicetechnologien verbessert.

Fluoreszenzfarbstoffe stellen die Emissionswellenlänge ein

Materialien mit blauer und grüner Elektrolumineszenz in erforderlichen Leuchtstärken sind seit einiger Zeit bekannt. Im tiefroten Spektralbereich (> 650 nm) hingegen gibt es kaum zufriedenstellende Lösungen. Das bekannte Poly(methoxy-2'-ethylhexyloxy-phenylvinyle) (MEH-PPV) emittiert im orange-roten Bereich (< 620 nm) und deckt den gewünschten Bereich nicht völlig ab. Als Teil eines Forschungsverbunds entwickelt die Gruppe »Polymere und Elektronik« am Fraunhofer IAP insbesondere organische Polymere, die im tiefroten Spektralbereich elektrolumineszieren. Die bekannten halbleitenden Polymere für

Displayanwendungen werden bevorzugt vollständig konjugiert aufgebaut, um den Transport von Elektronen und Löchern vorwiegend durch Verschiebung entlang der konjugierten Polymerhauptkette zu ermöglichen. In organischen Aufdampfschichten hingegen werden die Ladungen durch »hopping-Prozesse« zwischen den wesentlich kleineren Molekülen transportiert. Fluoreszenzfarbstoffe benutzt man dabei zur Einstellung bestimmter Emissionswellenlängen. Die neuen Polymermaterialien sollten die Vorteile beider Materialklassen vereinen:

Organische Aufdampfschichten:

- geringer Synthesaufwand,
- leichte Einstellbarkeit der Emissionseigenschaften

Konjugierte Polymere:

- einfachere Verarbeitung zu dünnen Schichten,
- flexible Displays möglich

Dabei ist die Mischbarkeit von Farbstoffen mit organischen Polymeren jedoch häufig stark limitiert. Fluoreszenzfarbstoffe können in den dünnen Polymerfilmen aggregieren oder migrieren. Diese Probleme können dauerhaft nur dadurch vermieden werden, wenn die Fluoreszenzfarbstoffe kovalent in die Polymermatrix eingebaut werden. Die dafür erforderlichen funktionalisierten Fluoreszenzfarbstoffe müssen erst hergestellt und dann in die Polymerstrukturen integriert werden. In einem ersten Schritt müssen jedoch Farbstoffe mit geeignetem Emissionsverhalten evaluiert werden.

Auswahl und Synthese des Fluoreszenzfarbstoffes

Das 4-Dicyanomethylen-2-methyl-6-(p-dimethylaminostyryl)-4H-pyran (DCM)

gehört zu den bekannten Fluoreszenzfarbstoffen mit einem Fluoreszenzmaximum im roten Spektralbereich (Intensitätsmaximum bei 644 nm). Dieser Farbstoff kann durch Knoevenagel-Kondensation von 4-Dicyanomethylen-2,6-dimethyl-4H-pyran mit entsprechend substituiertem Benzaldehyd erhalten werden. Dabei wird neben der Kondensation in 6-Position parallel auch eine Kondensation in 2-Position beobachtet. Die Biskondensationsprodukte (DCM bi) zeigen eine deutliche Rotverschiebung der Emissionswellenlänge und der Absorption gegenüber dem normalen DCM. Sie eignen sich daher als Zielverbindung. Der für die Kondensation verwendete OH-funktionelle Benzaldehyd (4-(N-Methyl-N-(2-hydroxyethyl))-aminobenzaldehyd) führt im Biskondensat zu einem OH-bifunktionellen DCM-Farbstoff, der hervorragend für die Integration in verschiedene Polymerklassen geeignet ist.

Aufbau von Polymermaterialien

Der synthetisierte OH-bifunktionelle DCM-Farbstoff wurde mit verschiedenen Diisocyanaten in Lösung zu Polyurethanen (PU) umgesetzt. Die erhaltenen PU mit 4,4'-Methylen-bis-(phenylisocyanat) (MDI) zeigten eine deutliche Elektrolumineszenz. Durch partiellen Austausch des OH-funktionellen DCM gegen eine nicht(rot)fluoreszierende Hydroxyverbindung (N,N-Bis(2-hydroxyethyl)anilin) (BHEA) lässt sich der Farbstoffgehalt variieren (Tabelle 1, Schema 1). Dadurch wird eine mögliche Fluoreszenzlöschung bei hohen Farbstoffgehalten vermieden und ein optimaler DCM-Gehalt bestimmt. Bei Molverhältnissen BHEA/DCM kleiner als 4:1 ist mit einer deutlichen Fluoreszenzlöschung zu rechnen, während oberhalb von 10:1 offensichtlich zu

wenig aktive Komponente enthalten sind. Durch das nichtfluorizierende Comonomer verbessert sich die Löslichkeit der PU in organischen Lösungsmitteln (Cyclohexanon, DMF). Das Absorptions- und Photolumineszenzverhalten der PU in Lösung wird von der DCM-Komponente dominiert. Die Lage des roten Maximums ist identisch mit dem des DCM bi. Demgegenüber wird im Polymerfilm nochmal ein Rotshift von ca. 20 nm beobachtet.

Aufbau und Charakterisierung von Einschicht-Devices

Von den erhaltenen DCM-PU wurden Einschicht-Devices auf Indium-Zinn-Oxyd (ITO)-Glas präpariert und mit Calcium und Silber als Metallelektrode bedampft. Die größten Leuchtstärken ergeben sich bei BHEA/DCM-Verhältnissen größer 4:1 und kleiner 10:1 (Bild 1). Das Maximum der Elektrolumineszenz liegt oberhalb von 665 nm. Dies beweist auch der Farbvergleich von MEH-PPV- und DCM-PU-basierenden Leuchtdioden (Bild 2). Im CIE-Farbkoordinaten-Diagramm kann mit den neuen DCM-PU die äußerste »rote Ecke« erreicht werden. Die Leuchtstärke und Lebensdauer der Leuchtdioden soll weiter erhöht werden. Dazu gibt es erste erfolgversprechende Ansätze durch Endcapping-Methoden und polymeranaloge Reaktionen. Die Allgemeingültigkeit des Aufbauprinzips soll auch für andere Fluoreszenzfarbstoffe und andere Polymerklassen nachgewiesen werden.

Kontakt



Dr. Hartmut Krüger
Dr. Silvia Janietz
Dr. Armin Wedel
Telefon +49 (0) 331 / 56 8-19 20
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-39 10
E-Mail: krueger@iap.fraunhofer.de

Förderung

Bundesministerium für Bildung und Forschung
BMBF, Förderkennzeichen 01 BK 919

Kooperation

Optrex Europe GmbH, Babenhausen
Applied Films, Alzenau
TU Braunschweig

Patente

Patentanmeldung AZ 101 41 866.3
»Polymerfarbstoff und Verfahren zu dessen Herstellung sowie deren Verwendung in Leuchtdioden und anderen optischen Bauelementen«,
B. Fischer, S. Janietz, H. Krüger, J. Wahl,
A. Wedel, 27.08.2001

Literatur

H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, B. Fischer,
New Deep Red Emitting Polymer Materials,
International Conference on
Electroluminescence, ICEL-3, September 2001,
Los Angeles, USA

Licht als Werkzeug

Photo-induzierte Orientierung und Strukturbildung

Ein wichtiger Forschungsgegenstand der Arbeitsgruppe »Polymerphotochemie« ist die Entwicklung optischer und photosensitiver Funktionsmaterialien, deren gezielte photochemische Modifizierung sowie die Entwicklung photochemischer Verfahren zur lichtinduzierten Herstellung optischer, elektrooptischer und photochromer Funktionselemente. Weitere Schwerpunkte sind supramolekulare Photochemie, Laserphotochemie, Holographie und Grenzflächenchemie. Die Wechselwirkung photochromer Polymere mit polarisiertem Licht stellt eine neue Methode der lichtinduzierten Orientierung von Polymeren dar. Ziel laufender Arbeiten ist die Erzeugung anisotroper Polymerfilme bzw. anisotroper Grenzflächen mit definierter dreidimensionaler Struktur. Unter diesen Aspekten ist das Design und die Synthese neuer innovativer Funktionsmaterialien ein weiterer Schwerpunkt der Arbeiten. Dies betrifft u.a. neue photochrome Polymere sowie calamitische und diskotische Flüssigkristalle mit glasbildenden Eigenschaften. Ein wesentliches Merkmal der neuen Materialien ist die Kombination flüssigkristalliner Strukturbildung, anisotroper Orientierbarkeit mit lichtmodulierenden wie auch lichtemittierenden Eigenschaften.

Lichtinduzierte Orientierung von Polymeren

Unter grundlagenwissenschaftlichen und anwendungsorientierten Aspekten wurden verschiedene Mechanismen der lichtinduzierten Induktion optischer Anisotropie in Polymerfilmen untersucht, wie beispielsweise der winkelab-

hängigen Photodegradation oder der Photoorientierung. Insbesondere durch letzteren Mechanismus (Bild 1) können sehr hohe Anisotropie-Werte reversibel, langzeitstabil, mit hoher Auflösung sowie mit Graustufen im Glaszustand photochromer Polymere induziert werden [1]. Diese Methode stellt eine neue und aussichtsreiche Variante für die reversible optische Datenspeicherung dar. Dies trifft sowohl auf die digitale wie auf die holographische Datenspeicherung zu. Pixel unterschiedlicher Doppelbrechung enthalten mehr Informationen als binäre Zustände und führen damit zu deutlich höheren Speicherdichten. Eine interessante Anwendung der Photoorientierung besteht in der lichtinduzierten Herstellung anisotroper optischer Komponenten, wie Retarderfolien, Polarisatoren und Farbfilter. Die von uns entwickelten Polymermaterialien und Präparationsverfahren führen zu optischen Komponenten, die lichtmodulierende Funktionen z.B. in Displays ausführen können. Dabei wurden Ordnungsgrade bis zu 0.8 bzw. dichroitische Verhältnisse von 15 erzielt. Die Herstellung derartiger Funktionselemente beruht auf dem von uns entdeckten Effekt der kooperativen Photoorientierung polymerer Gläser und der anschließenden Verstärkung der lichtinduzierten Anisotropie durch die Selbstorganisation flüssigkristalliner Polymere [2] (Bild 2). Die photochemische Induktion anisotroper Eigenschaften ist von generellem Interesse für die Materialwissenschaften, da sie die Herstellung mikrostrukturierter und anisotroper Funktionselemente ermöglicht. Ein anderes Ziel ist die Orientierung calamitischer [3] und diskotischer [4] Flüssigkristalle an lichtinduziert anisotropen Grenzflächen photochromer Polymerfilme. Sie ist von großer Bedeutung für die Herstellung

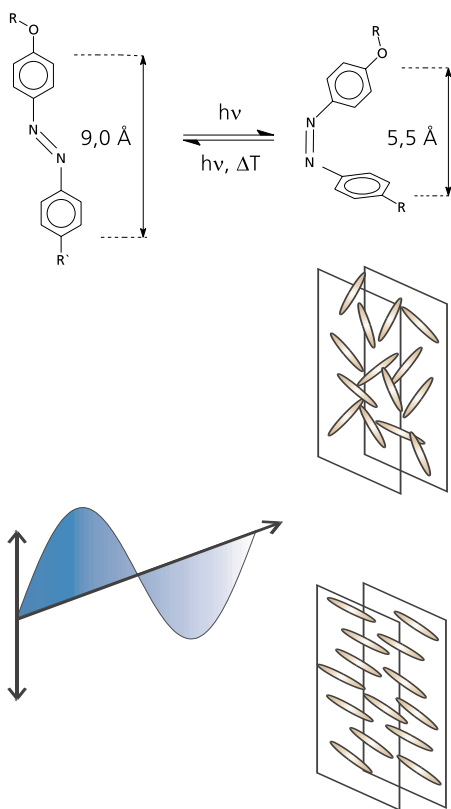


Bild 1 Photoisomerisierung und Photoorientierung von Azobenzelen.

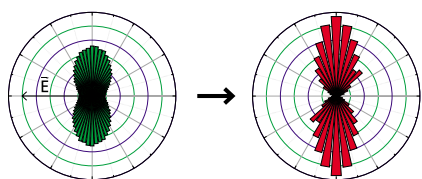


Bild 2 Lichtinduzierte und thermisch verstärkte Anisotropie.

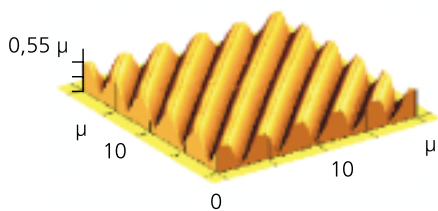


Bild 3 Oberflächenreliefgitter.

moderner Flüssigkristall-Displays aber auch für die Herstellung anisotroper optischer Komponenten durch Photopolymerisation reaktiver niedermolekularer Flüssigkristalle. Das Prinzip des Photoalignment von Flüssigkristallen ist derzeit eines der Schlüsselprobleme der LCD-Technologie, da es die berührungsfreie drei dimensionale kontrollierte Ausrichtung von Flüssigkristallmolekülen und die Herstellung von Pixeln unterschiedlicher Orientierung ermöglicht. Dafür wurden Systeme entwickelt, deren Anisotropie in der Grenzfläche durch winkelabhängige Photoauswahl oder durch Photoauswahl mittels linear polarisiertem Licht erzeugt wird. Zur Zeit werden folgende Faktoren optimiert:

- Effizienz der Photosysteme
- 3D Kontrolle der Anisotropie,
- definierte Grenzflächenenergie
- Beseitigung störender Schaltnebenwirkungen

Darüber hinaus eröffnet diese Technik grundsätzlich neue Wege der makroskopischen Orientierung auch anderer supramolekularer Materialien und Funktionssysteme. Zu diesen drei Komplexen ist ein umfangreiches photochemisches, polymerchemisches und optisches Know-how erarbeitet worden, das für weiterführende produktorientierte Forschungsarbeiten eingesetzt werden kann.

Polymere Oberflächenreliefgitter durch photoinduzierte Diffusion

Die resonante Bestrahlung photochromer Polymerfilme mit Azobenzengruppen bewirkt überraschenderweise die Ausbildung von Oberflächenreliefgittern. So erzeugt das Interferenzmuster eines kohärenten Ar⁺ Laserstrahls geringer Intensität unterhalb

der Glasübergangstemperatur ein sinusoidales Oberflächenprofil mit Amplituden bis zu 2 µm und Gitterkonstanten von 0,4 bis 10 µm (Bild 3). Dadurch werden Diffractionswerte von 90 Prozent erreicht. Die Oberflächenreliefgitter sind unterhalb der Glasübergangstemperatur langzeitstabil und können durch Erwärmen oberhalb der Glasübergangstemperatur gelöscht werden, danach ist ein erneuter Einschreibeprozess möglich. Die Gitter können aber auch bei veränderten Bestrahlungsbedingungen überschriebene Gitter erhält. Im Gegensatz zu anderen Verfahren ist kein zusätzlicher mikrolithografischer Ätz- oder Entwicklungsschritt erforderlich (one-step, trocken und ohne Vor- und Nachbehandlung). Der Mechanismus des Prozesses wird bisher nicht verstanden. Vermutlich wird der Effekt durch einen photoinduzierten Diffusionsprozess bewirkt, wobei, wie die Untersuchungen des letzten Jahres zeigen, ein enger Zusammenhang mit den zu untersuchenden Orientierungseffekten im Volumen besteht. Die Eignung derartige Oberflächenreliefgitter als diffraktive und refraktive optische Elemente in der optischen Informationsverarbeitung, in der diffraktiven und in der integrierten Optik ist Gegenstand eines weiteren Forschungskomplexes. Mit interessierten Industriepartnern können folgende Anwendungen erschlossen werden:

- Strahlteiler und Filter
- Polarisationssteiler, Diskriminatoren
- Ein- oder Auskoppellemente
- Phasenmasken
- Antireflexionsschichten
- Elemente für Frei-Strahl-Kopplung
- wellenlängenselektive Resonatoren
- Wellenlängen-Multiplexing
- Komponenten in miniaturisierten Spektrometern

Kontakt



Dr. habil. Joachim Stumpe
 Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 59
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
 E-Mail: stumpe@iap.fraunhofer.de

Förderung

Europäische Union GRD2-200-3155
 VW-Stiftung I/74 943
 Deutsche Forschungsgemeinschaft Stn 164/19
 Bundesministerium für Wirtschaft und
 Technologie BMBF
 Förderkennzeichen 0020803KFK0

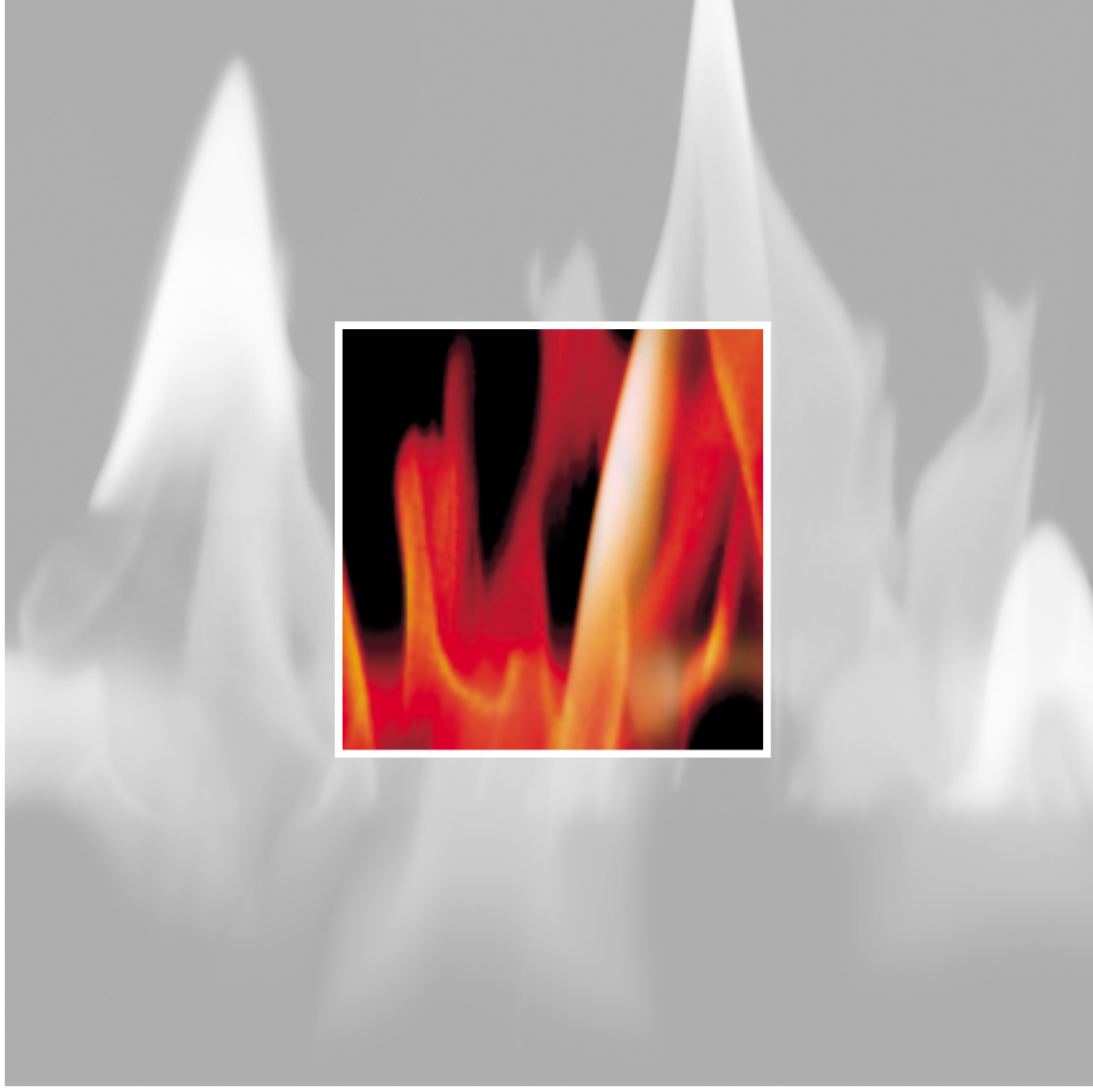
Kooperation

Philips, Electronics, Niederlande
 Merck Specialty Chemicals Ltd, Großbritannien

Literatur

- [1] J. Stumpe, T. Fischer, M. Rutloh, R. Rosenhauer, J. G. Meier
 SPIE Conference on Liquid Crystals 3800, 150, 1999
- [2] R. Rosenhauer, T. Fischer, S. Czaplá, J. Stumpe, A. Vinuales, M. Pinol, J. L. Serrano
 Mol. Cryst and Liq. Cryst., 2001, Vol 364, pp 295-304
- [3] B. Sapich, J. Stumpe, I. Gerus, O. Yaroshuk
 Mol. Cryst and Liq. Cryst., 2000, Vol 352, pp 9-18
- [4] S. Furumi, D. Janietz, M. Kidowaki, M. Nakagawa, S. Morino, J. Stumpe, K. Ichimura, Chem. Mater. 13 (2001) 1434

Synthese- und Polymertechnik



Das Institut

Life Science

Native Polymere

Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Verfahrenstechnik und Synthese

Mikrokapseln als Lösung von Verarbeitungsproblemen

Poly-L-milchsäure: Verfahrens- und Materialoptimierung

Verfahren für effizientes Materialtailoring

Brandschutzausrüstung von Kunststoffen

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse

Verfahrenstechnik und Synthese



Polylactid — Maßgeschneiderte Bioabbaubarkeit

Biokunststoffe sollen nicht nur biologisch abbaubar sein, sondern gleichzeitig stabil während des Gebrauchs, einfach zu verarbeiten und möglichst unbegrenzt verfügbar. Der thermoplastische wasserbeständige Biokunststoff aus nachwachsenden Rohstoffen, der sich durch Erhitzen schnell und umkehrbar formen lässt, ist daher ein Material der Zukunft. Polylactid aus Glucose, die zu Milchsäure vergärt wurde, vereint all die gewünschten Vorzüge. Als zusätzlicher Trumpf kann die Bioabbaubarkeit gezielt eingestellt werden. Kunststoffmoleküle sind zu groß, um direkt von Mikroorganismen abgebaut zu werden. In einem ersten Schritt müssen die Makromoleküle durch Wasser in kleinere Einheiten hydrolysiert werden. Diese Bruchstücke werden dann von Enzymen weiter zerlegt und von Organismen zu Wasser, Kohlendioxid und anderen Stoffwechselprodukten umgewandelt. Reine Kohlenstoffketten können von den Enzymen nicht zerlegt werden. Heteroatome wie Sauerstoff und Stickstoff bieten hingegen gute Angriffspunkte. Polylactid bietet den abbauenden Enzymen als Ester Sauerstoffbrücken. Im ersten Schritt kann die Wasseraufnahme des Materials gezielt gesteuert werden. Polylactid hydrolysiert zu niedermolekularen Einheiten ohne wasserlöslich zu sein wie natürliche Stärke. Das Material baut sich von der Oberfläche her ab, ohne die Eigenschaften von innen zu ändern. Weitere Faktoren, die den Abbauprozess bestimmen, sind Kettenlänge, Schmelzpunkt, Kristallinität, Hydrophobie und Morphologie. Polylactid liegt in zwei optischen Isomeren vor: Poly-L-milchsäure ist teilkristallin, relativ hart und spröde

bei einer Schmelztemperatur von 180 °C. Poly-D,L-milchsäure hingegen ist amorph, biegsam, und erweicht bereits bei 75 °C. Durch Compoundierung und Copolymerisation dieser beiden Isomere lassen sich einerseits das Abbauverhalten über Kristallinität und Schmelzpunkt variieren. Andererseits können makroskopische Materialeigenschaften wie Transparenz, mechanische Festigkeit, Elastizität und Temperaturstabilität gesteuert werden. Neben der Compoundierung der Isomere bieten wir Materialoptimierung durch Copolymerisation mit Glycolsäure, Caprolacton oder Trimethylen-carbonat.

Medizinische Implantate und atmungsaktive Verpackungen

Im medizinischen Bereich wird Polylactid bevorzugt als Naht- und Implantatmaterial benutzt, da beim Abbau von Polylactid keinerlei toxischen Zwischenprodukte entstehen. Es kann im Körper in dem Maße abgebaut werden, wie die Verletzung heilt. Die mechanische Festigkeit kann so weit verändert werden, dass sowohl Fäden und Wundabdeckungen auf der Haut wie auch Knochenimplantate aus diesem Material angefertigt werden können. Schließlich lassen sich auf der Basis von Polylactid hervorragende Arzneistoffträger herstellen. Daneben gibt es zahlreiche Anwendungen als Verpackungskunststoff, Hygienematerial oder als Geotextilie. Das Material ist wasserundurchlässig wie erdölbasierte Kunststoffe aber gleichzeitig dampfdurchlässig. Dadurch eignet es sich besonders für die Herstellung von atmungsaktiven Folien wie beispielsweise in Windeln. In diesem Bereich werden hohe Zuwachsraten bei sinkenden Preisen erwartet. Mit Hilfe des Bundesministeriums für



Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, BVEL, soll eine Pilotanlage mit einer Kapazität von 3000 Tonnen pro Jahr aufgebaut werden.

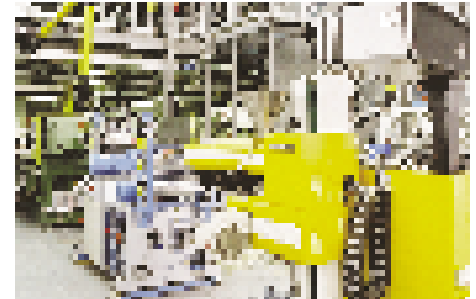
Verfahrensoptimierung für konkurrenzfähige Preise

Um Polylactid in hoher Tonnage zu einem akzeptablen Preis herzustellen, müssen eine Reihe von Verfahrensparametern optimiert werden. Am Fraunhofer IAP wurden eine Reihe von Katalysatoren — vor allem metallorganische Verbindungen getestet. Allerdings hängt die Polymerisationsgeschwindigkeit nicht nur von der Reaktionsgeschwindigkeit ab, sondern auch stark von der Struktur der ringförmigen Monomere. Während der Massepolymerisation steigt der Fließwiderstand in der Schmelze dramatisch an. Der Stofftransport der Monomere wird dadurch behindert und die Reaktionsgeschwindigkeit nimmt ab. Daher ist die Geometrie der verarbeitenden Rührer entscheidend. Am Fraunhofer IAP wurde ein optimales Schnecken-design für die Ringöffnungspolymerisation entworfen. Eine »grüne Chemie« fordert neue Produkte für die Verpackungsindustrie. Polylactid bietet dafür ideale Voraussetzungen. Der Markt fordert allerdings konkurrenzfähige Preise. Verfahrensoptimierung leistet dafür einen entscheidenden Beitrag.



Neue Brandschutz-Werkstoffe

Kunststoffe erobern neue Märkte. Sie sind flexibel, leicht, bruchfest und lassen sich gut verarbeiten. Die Transport- und Elektroindustrie weiß diese Vorzüge zu schätzen. Aber was passiert im Brandfall? Klassische Flammschutzmittel als Zusatzstoffe haben zahlreiche Nachteile: Sie bilden Nebenprodukte mit Risiken für die Gesundheit. Mit der Zeit wandert der Zusatz aus dem Kunststoff heraus und wird so unbrauchbar. Außerdem verschlechtern sich die mechanischen Eigenschaften und die Isolierung gegen stromleitende Metalle. Die Korrosion wird begünstigt. Viele Firmen würden daher gern auf diese Flammschutzmittel verzichten. Kunststoffe, die aufgrund ihres chemischen Aufbaus ohne zusätzliche Flammschutzmittel auskommen, bieten einen Ausweg. Sie bilden an der Oberfläche eine Sperrschicht, die als Hitzeschild wirkt. Jedoch nicht alle Kunststoffe, die auf spezielle mechanische und elektrische Anforderungen maßgeschneidert werden, ermöglichen diese Alternative. Bei diesen Materialien muss ein zweiter Kunststoff mit geringer Entzündlichkeit zugesetzt werden. Kunstharze wie Melaminharze sind unschmelzbar und flammhemmend. Wie lassen sich diese Materialien in den gewünschten Kunststoff einarbeiten ohne Einbuße des speziellen



Eigenschaftsprofils der Werkstoffe?

Am Fraunhofer IAP werden Mikrohohlkugeln aus unschmelzbaren Harzen in einem praktischen Eintopf-Verfahren hergestellt. Die Winzlinge mit einem Durchmesser von 3 bis 30 Tausendstel Millimetern halten einen Druck vom 50-fachen des Luftdrucks aus und eignen sich daher gut für die gängigen Kunststoffherstellungsverfahren, wie Spritzguss oder Extrusion. Im Brandfall vermeidet man so die Tropfenbildung auf der Oberfläche. Außerdem isolieren die Mikropartikel Wärme gegen die darunterliegenden Kunststoffschichten. Nicht-brennbare Gase wie Stickstoff oder Kohlendioxid können zusätzlich in die Hohlräume gefüllt werden, um den Brand zu ersticken ohne andere Gesundheit gefährdende Stoffe freizusetzen. Neben Mikrohohlkugeln entwickelten wir ein Verfahren zur Herstellung von Fasern aus unbrennbaren Harzen. Gegenüber glasfaserverstärkten Kunststoffen spart man Gewicht, schont die verarbeitenden Maschinen und erleichtert das Recycling. Im Brandfall bilden die so verstärkten Kunststoffe keine Tropfen und halten deutlich höheren Temperaturen stand. Schließlich lassen sich aus diesen Kunstharzen auch hochfeste unbrennbare Schäume herstellen. Sie halten kurzfristig Temperaturen bis 360 °C aus und eignen sich daher für die Auskleidung von Motorräumen oder elektronischen Geräten, die viel Wärme produzieren.

Mikrokapseln als Lösung von Verarbeitungsproblemen



Bioabbaubare Partikel für Medizin, Pharmazie und Landwirtschaft

Mikrokapseln werden in der Medizin und Pharmazie schon lange eingesetzt. Sie dienen dazu, entweder die Wirksubstanz vor der Umgebung zu schützen oder umgekehrt. So wird beispielsweise der Wirkstoff der Aspirin-Tablette eingekapselt, um den Magen zu schützen. Bestimmte Wirkstoffe — beispielsweise Medikamente gegen Krebs — werden verpackt und gezielt am Wirkort freigesetzt. Neu ist die Möglichkeit, zusätzlich ein winziges magnetisches Teilchen in die Kapsel zu verpacken, um das Präparat durch Anlegen eines Magnetfeldes an sein Ziel im Körper zu führen. Neben Schutz von Wirkstoff und Umgebung spielt die dosierte Wirkstoffabgabe (Controlled release) eine wichtige Rolle. Depotpräparate können Wirkstoffe über einen längeren Zeitraum in genau kontrollierten Mengen abgeben.

Maßgeschneiderte Lebensmittel

Mikrokapseln helfen, empfindliche Lebensmittelzusätze wie essenzielle Amino- oder Fettsäuren, Vitamine, Enzyme, Mineralstoffe oder Aromen schonend zu verarbeiten. Wir setzen im Lebensmittelbereich zugelassene Wandmaterialien ein. Darüber hinaus modifizieren wir zugelassene filmbildende Hilfsstoffe wie Stärke oder Dextrane. Verkapselung erleichtert die Herstellung z. B. in folgenden Punkten:

- Schutz vor Umgebungsmilieu
- Geschmacks-/Geruchsmaskierung
- Langzeitstabilisierung
- Kontrollierte/verzögerte Freisetzung
- Dosierung und Vermischung
- Verhinderung der Kontamination
- Verringerung allergener Wirkung

Werkstoffentwicklung für »smart systems«

Erst in jüngster Zeit wurde eine Fülle von neuen Anwendungen als funktionale Werkstoffe oder »smart systems« gefunden. Intelligente Dichtungsmaterialien enthalten Kügelchen, deren Hülle sich bei Feuchtigkeit auflöst — der wasserundurchlässige Inhalt quillt dann auf ein Vielfaches seines ursprünglichen Volumens. Schrauben werden beim Festziehen zugleich verklebt, wenn die Gewinde mit klebstoffhaltigen Mikrokapseln beschichtet sind. Durch Mikroverkapselung wird es möglich, scheinbar widersprüchliche Eigenschaften in einem Werkstoff zu vereinen. Beispielsweise halten wasserlösliche Dünger, Insektizide oder Herbizide in Mikrokapseln auch heftigen Regengüssen stand und wirken trotzdem über die ganze Saison. Mögliche Anwendungsfelder sind:

- Kunststoffindustrie (Einbau von Wirkstoffen, Kompositfüllstoffen)
- Galvanotechnik (Einbau z. B. von Schmiermitteln, Korrosionsschutz)
- Bauindustrie (Wärmespeicher, Schädlingsbekämpfung)
- Farb- und Lackindustrie (Flakes, Pigmente, Antifoulingstoffe)
- Textilindustrie
- Druck- und Papierindustrie

Wir bieten Machbarkeitsstudien für das gesamte Eigenschaftsprofil der gewünschten Anwendung. Technische Parameter wie Langzeitstabilität, Wanddicke, Partikelgröße oder -größenverteilung können optimiert werden. Wir bieten auch Unterstützung bei der Verfahrensentwicklung bis zum großtechnischen Maßstab. Musterproben stellen wir bis zum Kilogramm-bereich her.

Technische Anwendungen:
Galvanotechnik, Kunststoff-
herstellung, Kunststoffverarbeitung

Reaktive Kapselverfahren:

- Grenzflächenpolykondensation
- Grenzflächenpolyaddition

Wandmaterialien:

- Aminoharze
- Polyharnstoffe

Kernmaterialien:

- Farbstoffe
- Mineralöle
- Klebstoffe
- Metallflakes
- Schmiermittel
- Schwefel
- Phosphor

Medizin, Pharmazie, Kosmetik

*Reaktive und nicht reaktive
Kapselverfahren:*

- Lösungsmittelverdampfung
- Sprühtrocknung
- Phasentrennung (mittels Temperaturänderungen, Salzzusatz usw.)
- Grenzflächenpolykondensation

Wandmaterialien:

- Aminoharze
- Stärkederivate
- Homo- und Copolyester der Milchsäure
- Cellulosederivate

Kernmaterialien:

- Peptide
- Parfümöle
- Zytostatika
- Steroide
- Farbpigmente

Lebensmittelbereich,
Landwirtschaft, Forstwirtschaft

*Reaktive und nicht reaktive
Kapselverfahren:*

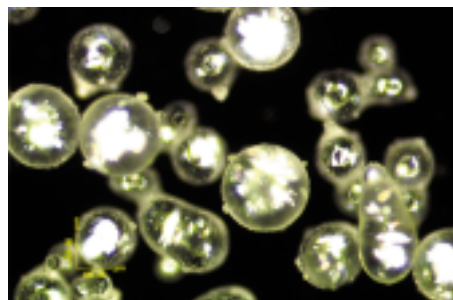
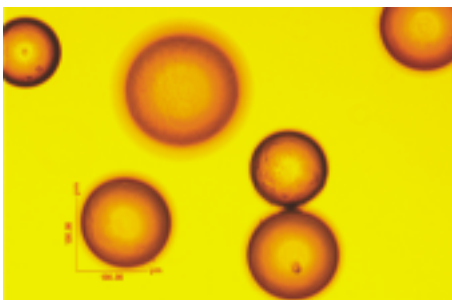
- Sprühtrocknung
- Grenzflächenpolykondensation
- Phasentrennung (mittels Temperaturänderungen, Salzzusatz usw.)

Wandmaterialien:

- Aminoharze
- Ethylcellulose
- Alginate
- Acrylate
- Gummi Arabicum
- Gelatine

Kernmaterialien:

- Aminosäuren
- Zitronensäure
- Pflanzenöle
- Ascorbinsäure



Poly-L-milchsäure: Verfahrens- und Materialoptimierung

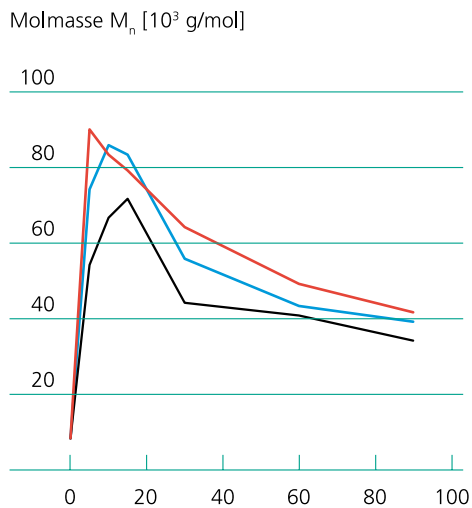


Bild 1 Verlauf der Ringöffnungspolymerisation von L,L-Dilactid in Gegenwart von $\text{Sn}(\text{oct})_2$.

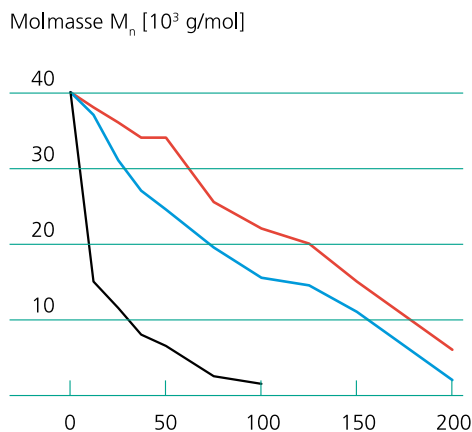


Bild 2 In vitro Abbau von Poly-D,L-lactid.

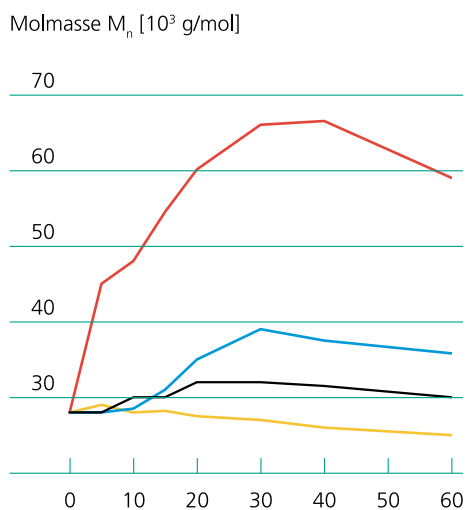


Bild 3 Ringöffnungspolymerisation von L,L-Dilactid in Gegenwart von $\text{Sn}(\text{oct})_2$ und $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$.

Marktpotential

Die internationale Entwicklung zeigt: Polyester der L-Milchsäure haben die besten Chancen auf dem Markt für alternative Kunststoffe. Sie vereinen alle gewünschten Eigenschaften: thermoplast-typische Verarbeitbarkeit, biologische Abbaubarkeit unter Kompostierungsbedingungen sowie eine biogene Rohstoffbasis. Auf Einsatzfeldern mit Einmal- bzw. temporärer Nutzung erreichen sie alle Anforderungen an konventionelle Kunststoffe. Daher werden für Poly-L-milchsäure in den nächsten Jahren hohe Zuwächse von 300.000 Tonnen pro Jahr bis 2005 und 375.000 Tonnen pro Jahr bis 2007 bei sinkenden Preisen von ca. 1,75 € pro Kilogramm prognostiziert [1]. Die erste technische Anlage mit 135.000 Tonnen pro Jahr wird 2002 durch die Cargill Dow LLC. in Betrieb genommen [2]. Auch in der Bundesrepublik Deutschland wird mit Unterstützung des Bundesministeriums für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, BVEL, eine Pilotanlage vorbereitet [3].

Optimierungsaufgaben

Dieser Polyester wird aus stärkehaltigen Substraten in einem mehrstufigen Prozess hergestellt. Biotechnologische und chemische Verfahrensstufen sind dabei in einigen Punkten kritisch. Sie erschweren die sichere Beherrschung und beeinträchtigen die erforderlichen Produkteigenschaften. Essentiell für Polymer und Verfahren sind:

- optische Reinheit der L-Milchsäure
- chemische Reinheit des L,L-Dilactid
- ausreichende Schmelzestabilität bei der Ringöffnungspolymerisation
- Monomerrückbildung bei der Verformung

Im Fraunhofer IAP werden reaktionsanalytische und reaktionstechnische Arbeiten zu allen chemischen Verfahrensstufen dieses Prozesses durchgeführt. Besonderes Interesse gilt der Ringöffnungspolymerisation des L,L-Dilactids, da durch diese die molekularen Parameter und damit die Materialeigenschaften der Polymere determiniert werden.

Reaktionsanalytik der Poly(lactid)bildung

Die primäre Ringöffnung des aliphatischen Heterozyklus in Gegenwart geeigneter Initiatoren ist von polyester-typischen Folgereaktionen begleitet, wie inter- und intramolekularer Zwischenkettenaustausch, Endgruppenreaktionen sowie Estergruppenhydrolyse. Diese bestimmen wesentlich den Polymerisationsverlauf und die Polymerparameter, wie Molmasse und ihre Verteilung. Technologisch schwer beherrschbare Reaktionsprofile in konventionellem Anlagenequipment sind die Folge dieses komplexen Reaktionsgeschehens in polymerisierenden Lactidschmelzen (Bild 1). Die Molmassenentwicklung zeigt ein ausgeprägtes Maximum im Verlauf der Zeit bei den technisch genutzten zinnbasierten Initiatoren. Dieses Verhalten der Initiatoren führt außerdem zu störenden Depolymerisationen mit entsprechender Reduzierung der Molmasse bei der thermoplastischen Verarbeitung der Polymeren. Insbesondere die Rückbildung von monomerem Dilactid kann problematisch sein, da monomere und niedermolekulare Anteile zu einer rascheren und unkontrollierbaren Hydrolyse des Polymers in Gegenwart von Feuchtigkeit führen. Dies beeinträchtigt die Nutzungsmöglichkeiten der Polymere erheblich (Bild 2). Diese unerwünschten Nebeneffekte der gängigen Initiatoren werden verstärkt

durch die in [4] beschriebene »backbiting«-Reaktion, die das Polymer zu linearen oder zyklischen Produkten niedrigerer Molmasse abbaut.

Vermeidung der Depolymerisation

Minimieren bzw. vermeiden lassen sich Depolymerisations- bzw. Degradationsprozesse durch

- Verweilzeitreduktion
- Initiatoroptimierung
- Einsatz von Stabilisatoren (chemische Maskierung der Initiatoren)

Im Fraunhofer IAP werden diese Varianten zur Verfahrens- und Produktoptimierung gleichrangig bewertet und deshalb auch zur Erarbeitung des Basic Engineering eines kontinuierlichen Verfahrens untersucht. Sehr kurze Verweilzeiten werden bei der Polymilchsäureherstellung durch reaktive Extrusion in einem entsprechend konfigurierten Zweischnellenextruder erreicht. Bei Monomerumsätzen von 94 bis 95 Prozent konnten Poly-L-milchsäuren mit Molmassen größer als 90.000 bei Polydispersitätsindizes von etwa 2,5 synthetisiert werden.

Polymerisation mittels neuer Initiatoren-Kombinationen

Technisch sicher beherrschbar ist auch die Bulkpolymerisation des L,L-Dilactids in konventionellen Rührreaktoren in Gegenwart von Initiatorkombinationen auf Basis zinn- und titanorganischer Verbindungen. Diese greifen in unterschiedlicher Weise in Ringöffnung und zyklisierende Depolymerisation ein [5]. In Gegenwart derartiger Initiatorkombinationen konnte die Depolymerisation unter Bulkpolymerisationsbedingungen infolge des geringen Zinnanteils in der Kombination zurückge-

drängt werden. Das Molmassenniveau konnte weitgehend stabil gehalten werden (Bild 3). Die Schmelze lässt sich außerdem effizient stabilisieren durch Maskierung des Initiators mit geeigneten Komplexbildnern. Für zinnhaltige Initiatoren sind Tropolon und seine Derivate geeignet, die für Zinnverbindungen eine höhere Affinität aufweisen als die Estergruppen des Polymers. So unterbinden sie die Aktivierung von estertypischen Folgereaktionen durch den Initiator. Diese Stabilisatoren können erst nach Erreichen des Gleichgewichtsumsatzes und ausreichender Molmassen der Polylactidschmelze zudosiert werden [6]. Die verschiedenen Varianten zur Erhöhung der thermischen Stabilität der Poly-L-milchsäure können auch kombiniert angewandt werden. So erreicht man entsprechende technologische Sicherheit bei der Herstellung sowie Verarbeitung von Poly-L-milchsäure.

Kontakt



Dr. habil. Gerald Rafler
Dipl.-Ing. Inna Bechthold
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 22
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-32 13
E-Mail: rafler@iap.fraunhofer.de

Literatur

- [1] J.-Ch. Bogaert, Ph. Coszach: Nonwovens World 2000, S. 83
[2] M. Dartee, J. Lunt, A. Shafer: Chem. Fibers Internat. 50 (2000) 546
[3] R. Hagen: Chem. Fibers Internat. 50 (2000) 540
[4] H. R. Kricheldorf, M. Berl, N. Scharnagl: Macromolecules 21 (1988) 268

Patente

- [5] AZ 101 13 302.2
[6] DE 195 37 365; US 5 760 119

Verfahren für effizientes Materialtailoring

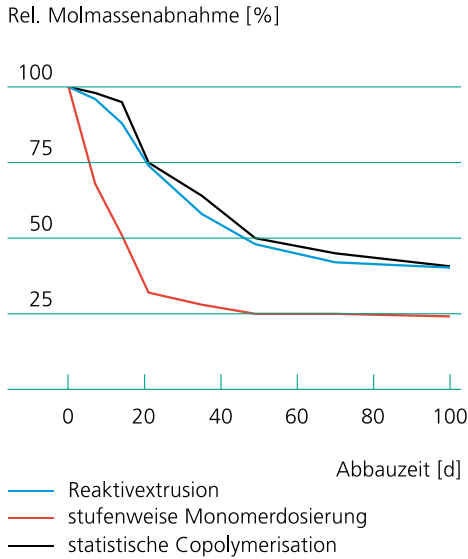


Bild 1 In vitro Abbauverhalten von Poly(glycolid(50)-co-lactid(50))en in Abhängigkeit von der Comonomerverteilung.

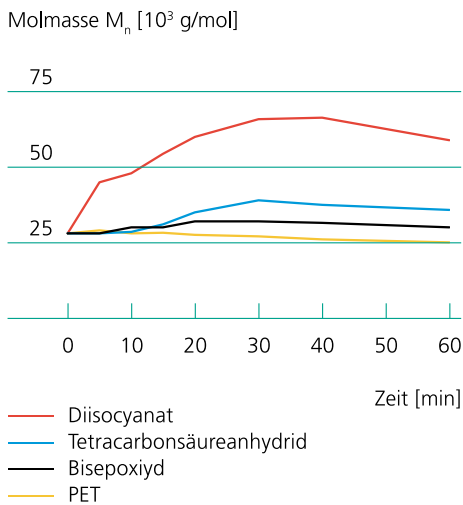


Bild 2 Molmassen von PET in Abhängigkeit von Struktur und Reaktivität der Kettenverlängerer.

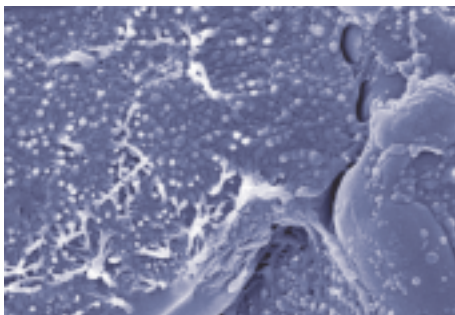


Bild 3 Kryobruch eines aminoharzgefüllten Polypropylens.

Reaktive Extrusion und reaktive Compoundierung

Die Nachfrage nach spezifisch angepassten Polymeren und Polymerwerkstoffen wächst. Flexible Technologien sind dabei der Schlüssel zur Herstellung von Spezialpolymeren aus Standardpolymeren. Reaktive Compoundierverfahren ergänzen die konventionellen Methoden des Materialtailorings auf attraktive Weise durch technologisch und apparatetechnisch einfache Verfahren. Reaktive Extrusions- und Compoundierprozesse werden vorzugsweise in Apparaten hoher Durchmischungsintensität durchgeführt. Dies gestattet die chemische Umsetzungen in homogener oder heterogener Phase bei hoher Prozessgeschwindigkeit. Reaktivextrusions- bzw. -compoundierverfahren sind breit einsetzbar. Die Verfahren werden nach materialwirtschaftlichen, reaktionskinetischen und verfahrenstechnischen Kriterien ausgewählt. Unter reaktionskinetischen Aspekten sind Reaktivextrusions- und Compoundierverfahren insbesondere geeignet für Polymerbildung und -modifizierung bei

- hohen mikrokinetischen Reaktionsgeschwindigkeiten
- Reaktionen in hochviskosen oder schwer mischbaren Reaktionsmedien
- Reaktionen mit stark ansteigender Viskosität
- geringen Reaktantenkonzentrationen
- erschwerter bzw. gehinderter Zugänglichkeit der reaktiven Gruppen.

Im Fraunhofer IAP werden Knetter und Zweischnellenextruder genutzt zur

- Derivatisierung von Stärke in organischer Phase bei hohen Stärkeanteilen
- Ringöffnungspolymerisation von zyklischen Estern und Diestern
- Kettenverlängerung von Heterokettenpolymeren
- Synthese schmelzbarer Aminoharze [2]
- Herstellung aminoharzgefüllter Thermoplaste

Synthese von Homo- und Copolyestern der Milchsäure mit erhöhter Raum-Zeit-Ausbeute

Die makroskopische Geschwindigkeit der Ringöffnungspolymerisation von L,L-Dilactid wird durch die Stoffübertragung des Monomers an die wachsenden Ketten beeinflusst, denn im Polymerisationsverlauf steigt die Schmelzviskosität stark an. Reaktoren hoher Durchmischungsintensität, wie Zweischnellenextruder können daher große Ausbeuten an Poly-L-milchsäure mit hoher Molmasse in erheblich kürzeren Zeiten erzielen als konventionelle Rührreaktoren. In einem gleichsinnig drehenden, dicht kämmenden Zweischnellenextruder Micro 18/35 D gelingt die Herstellung von Poly-L-milchsäure problemlos bei Verweilzeiten von ca. 10 min mit Molmassen von etwa 90.000 g/mol und Polydispersitätsindices von etwa 2,5 mit Ausbeuten über 93 Prozent. Molmasse und Monomerumsatz entsprechen damit technischen Anforderungen an Produkt und Verfahren.

Materialsynthese für medizinische Implantate und Wirkstoffträger

In Chirurgie und Arzneistoffgalenik werden zur Zeit vorzugsweise statistische Copolyester der Glykolsäure mit L- oder D,L-Milchsäure als resor-

bierbare Biomaterialien eingesetzt. Die Anforderungen an die molekularen Parameter der Copolyester, wie Comonomerzusammensetzung und Molmasse, werden von der medizinischen Anwendung bestimmt. Dabei entscheiden sowohl das mechanische Eigenschaftsniveau der Materialien als auch deren Abbau- und Resorptionseigenschaften über den Einsatz. Durch Zwischenkettenaustausch verwandelt man Homopolyester oder different zusammengesetzte Copolyester sehr effizient in optimal angepasste statistische und nichtstatistische Copolyester beliebiger Zusammensetzung und Comonomerverteilung (Bild 1) [1].

Kettenverlängerung von PET

Hochmolekulare Polyalkylenterephthalate werden gegenwärtig technisch vorzugsweise durch Festphasenpolykondensation hergestellt. Dies ist energetisch sehr aufwendig und setzt bestimmte Endgruppenverhältnisse an Polymeren voraus. Nur Anlagen mit hoher Kapazität arbeiten nach diesem Verfahren rentabel. Flexibler sind dagegen Reaktivextrusionsverfahren — sowohl hinsichtlich der Polyester, als auch der bifunktionellen Kettenverlängerer. Es gibt eine Reihe geeigneter bifunktionaler Komponenten, die zur Erhöhung der Molmasse bei Polyethylenterephthalate (PET) und Polybutylenterephthalate (PBT) eingesetzt werden können. Der erzielbare Effekt hängt von den Endgruppenverhältnissen am Polyester, der Reaktivität des Kettenverlängerers sowie der Mikrovermischung ab (Bild 2). Durch spezielle Strukturen lassen sich so zusätzlich funktionelle Gruppen in die Polymere einführen, die zu weiteren Modifizierungen genutzt werden können.

Aminoharzgefüllte Polypropylene

Das Brandverhalten von Polymerwerkstoffen und polymeren Funktionsmaterialien lässt sich optimieren durch

- Reduzierung der Brandlast
- Einsatz von selbstverlöschenden oder schwerentflammenden Polymeren
- FlammSchutzrüstung.

Durch reaktive Compoundierung von Polypropylen mit schmelzbaren Melaminharzen kombiniert man Brandlastreduzierung durch Verdünnung des brennbaren Materials mit dem Einsatz selbstverlöschender Polymere. Melamin ist als Blähmittel Bestandteil von Intumeszenz-Flammschutzmitteln. Zur Herstellung aminoharzgefüllter Polypropylene kondensiert man schmelzbare Aminoharze in der Thermoplastmatrix in einem Zweischnckenextruder vernetzend in Gegenwart von geeigneten Kompatibilisatoren. Das Schneckendesign wurde speziell angepasst. In Abhängigkeit von Scherung, Konzentration und Struktur der Reaktivharze bilden sich Aminoharzpartikel im Nanometer-Bereich (Bild 4).

Menge [%]	Zugfestigkeit [MPa]	Dehnung [%]	Modul [GPa]
ohne	31,2	300	0,8
30	32,5	5,1	2,2
30	34,6	5,4	2,2
50	30,9	1,9	2,6
70	30,8	2,7	2,6

Menge [%]	Haftvermittler	v_B [mm/min]
ohne		16,1
30	+	18,9
50	+	11,9
70	+	7,4

Tabelle 1 Materialeigenschaften von melaminharzgefüllten Polypropylenen.

Kontakt



Dr. habil. Gerald Rafler
 Dr. Frank Börner
 Dr. Eckhard Bonatz
 Dipl.-Phys. Helmut Remde
 Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 22
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-32 13
 E-Mail: rafler@iap.fraunhofer.de

Patente

[1] EP 0 573 024
 [2] DE 100 56 398.8

Brandschutzausrüstung von Kunststoffen

Neue Brandschutz-Materialien auf Melaminbasis

Verbraucher und Industrie fordern entschieden Alternativen zu halogenbasierten Flammschutzmitteln und flammhemmenden Stoffen. Am Fraunhofer IAP entwickeln wir halogenfreie Materialien und Materialkomponenten mit verminderter Brennbarkeit bzw. erschwerten Entflammbarkeit. Diese Produkte lassen sich zur Compoundierung von Thermoplasten und Reaktionsharzen einsetzen. Dazu führten wir die entsprechenden Compoundierungsversuche auf Extrudern, Spritzgussautomaten und Pressen durch. Da Melamin selbst eine flammhemmende Wirkung ausübt (durch Aufblähen, hohen Stickstoffgehalt), entwickelten wir verschiedene Produkte auf der Basis modifizierter Melaminharze als Flammschutz oder zur Hemmung der Brennbarkeit. Unter dem Aspekt »Innovative Werkstoffe für den Brandschutz« sind die folgenden Produkte aufzuführen:

- melaminharzbasierte Mikro kapseln
- Mikro hohlpartikel (auch mit flammlöschenden Gasen gefüllt)
- kompakte und gecoatete Matrixpartikel
- schmelze gesponnene Fasern auf Melaminharzbasis
- melaminbasierte Leichtbauprodukte (z.B. Schäume) und unter Hitzeeinwirkung schaubildende, flammhemmende Produkte

Erste großtechnische Versuche werden zur Zeit bei einem Auftraggeber mit Olefinpolymeren und Polyurethanen durchgeführt. Weitere Untersuchungen zum Einsatz in Polyestern und Epoxidprodukten sind vorgesehen.

Melaminbasierte Mikro kapseln und gecoatete Matrixpartikel

Mikro kapseln bieten viele Möglichkeiten, um Wirksubstanzen kontrolliert freizusetzen und schwer- oder unverträgliche Komponenten in mikroverkapselter Form zu kombinieren, um synergistische Effekte zu erzielen. Mikroverkapselung überführt flüssige oder wachsförmige Substanzen in ein trockenes freifließendes Pulver. Damit lassen sich auch höher siedende Substanzen in Thermoplasten einarbeiten, und die Dosierung wird vereinfacht. Die flüssigen Substanzen liegen in ihrer mikroverkapselten Form im Polymermaterial vor und werden z.B. erst unter Hitzeeinwirkung freigesetzt oder aktiviert. Eine Vielzahl von Flammschutzmitteln sind nur begrenzt mit Kunststoffen verträglich. Die Suche nach geeigneten Kompatibilisatoren ist oft sehr aufwändig, da spezielle Anforderungen an Material und Anwendung berücksichtigt werden müssen. Findet man keine geeigneten Kompatibilisatoren, führt die eingeschränkte Verträglichkeit oft zur Phasentrennung zwischen Polymermatrix und Additiv. Dies verschlechtert die mechanischen Eigenschaften — oft erst unter Belastung im Anwendungsfall. Durch Verkapselung der Additive mit nichtbrennbaren Melaminharzen lassen sich diese Unverträglichkeiten minimieren, denn die polymerbasierte Kapselwand bildet die Grenzphase zum Polymerwerkstoff. Analog zur Mikroverkapselung können brandhemmende, wasserunlösliche Feststoffe mit dünnen dichten Schichten von Polymethylenmelamin überzogen werden, um ihre Verträglichkeit zum Kunststoff signifikant zu verbessern. Brandhemmende Additive können zusätzlich morphologisch optimiert werden: Durch Schmelzen oder Lösen

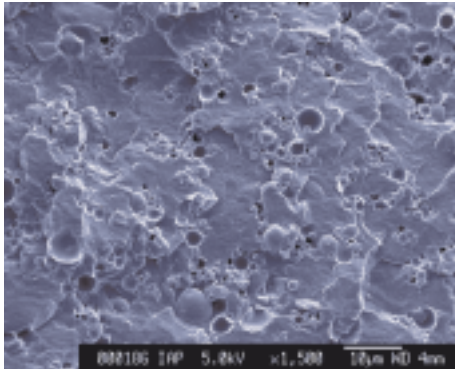


Bild 1 Elektronenmikroskopische Aufnahme von Polypropylen nach Extrusion, Granulierung und Spritzguss (30 Gewichtsprozent Mikro hohlpartikel als Füllstoff).

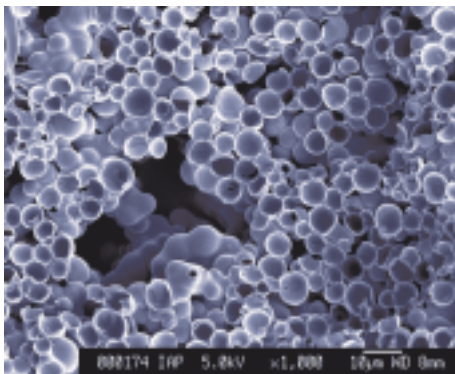


Bild 2 Elektronenmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche des melaminharzbasierenden Leichtbaumaterials.

verwandelt man ihre unregelmäßige Form in eine sphärische. Dies verbessert Dosierung und Verarbeitung und gewährleistet eine homogenere Verteilung im Werkstoff. Nach diesem Verfahren konnten beispielsweise die folgenden flammhemmenden Substanzen erfolgreich mikroverkapselt und in Polyolefinen getestet werden:

- siliziumorganische Verbindungen
- feinstteiliger roter Phosphor
- Amidophosphate
- Cyanuratverbindungen
- Melamin und Phosphonsäure-Melamin-Addukte
- halogenfreie Aluminiumverbindungen
- Carbonate

Melaminbasierte Mikrohohlpartikel

Nach diesem einfachen Verfahren (»Ein-Topf-Verfahren«) lassen sich auch Mikrohohlpartikel aus Melaminharzen generieren. Die Hohlpartikel besitzen eine gute Affinität zu den Polymeren. Sie sind sphärisch, relativ druckstabil und nicht komprimierbar bis etwa 50 bar, so dass sie sich in Extrusions-, Granulier- und Spritzprozessen gut dosieren lassen. Elektronenmikroskopische Aufnahmen von Kryobrüchen beweisen, dass die Partikel diese Verformungsschritte ohne Zerstörung überstehen (Bild 1). Die Hohlpartikel mit einem einstellbaren mittleren Teilchendurchmesser von 3 bis 30 µm verhindern im Brandfall das Abtropfen der brennenden Materie durch Oberflächenbelegung. Duromere auf Melaminbasis isolieren im Brandfall, da sie unschmelzbar sind. Daher wird nur die obere Schicht des Kunststoffes aufgeschmolzen. Der hohe Volumenanteil der Hohlpartikel mindert die Menge an brennbarem Kunststoff selbst. Brandlöschende Gase, wie Stickstoff

oder Kohlendioxyd, können zusätzlich eingefüllt werden.

Schmelzgesponnene Melaminharzfasern

Durch Schmelzspinnen können aus diesem Harz Fäden erzeugt werden, die als Kurz- oder Langfasern Thermoplaste und Duromere verstärken. Dies vermindert die Abnutzung an Compoundier- und Verarbeitungsmaschinen und erleichtert das Recycling und die Entsorgung gegenüber Glasfaser verstärkten Materialien. Mit Melaminharzfaser verstärkten Polyolefine zeigten ein besseres Brandverhalten: Sie brannten verzögert ohne abzutropfen. Kombiniert mit flammhemmender Ausrüstung sind diese Polyolefine konventionellen Glasfaser verstärkten Materialien deutlich überlegen.

Melaminbasierte Leichtstoffe

Schaumähnliche Formkörper aus melaminharzgebundenen Hohlkugeln (Bild 2) können in die Brandklasse V0 eingestuft werden. Diese Materialien sind hochfest, geschlossenporig, nehmen keine Feuchtigkeit auf und werden erst bei Temperaturen oberhalb 360 °C durch Zersetzung langsam zerstört. Dadurch eignen sie sich zum Auskleiden von Motorräumen und elektrischen und elektronischen Geräten. Als Kernmaterialien für Gießerei, Restauration, Sanierung oder Isolierung können sie außerdem breit eingesetzt werden.

Kontakt



Dr. Rudolf Nastke
 Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-12 14
 Fax: +49 (0) 331 / 56 8-12 14
 E-Mail: nastke@iap.fraunhofer.de

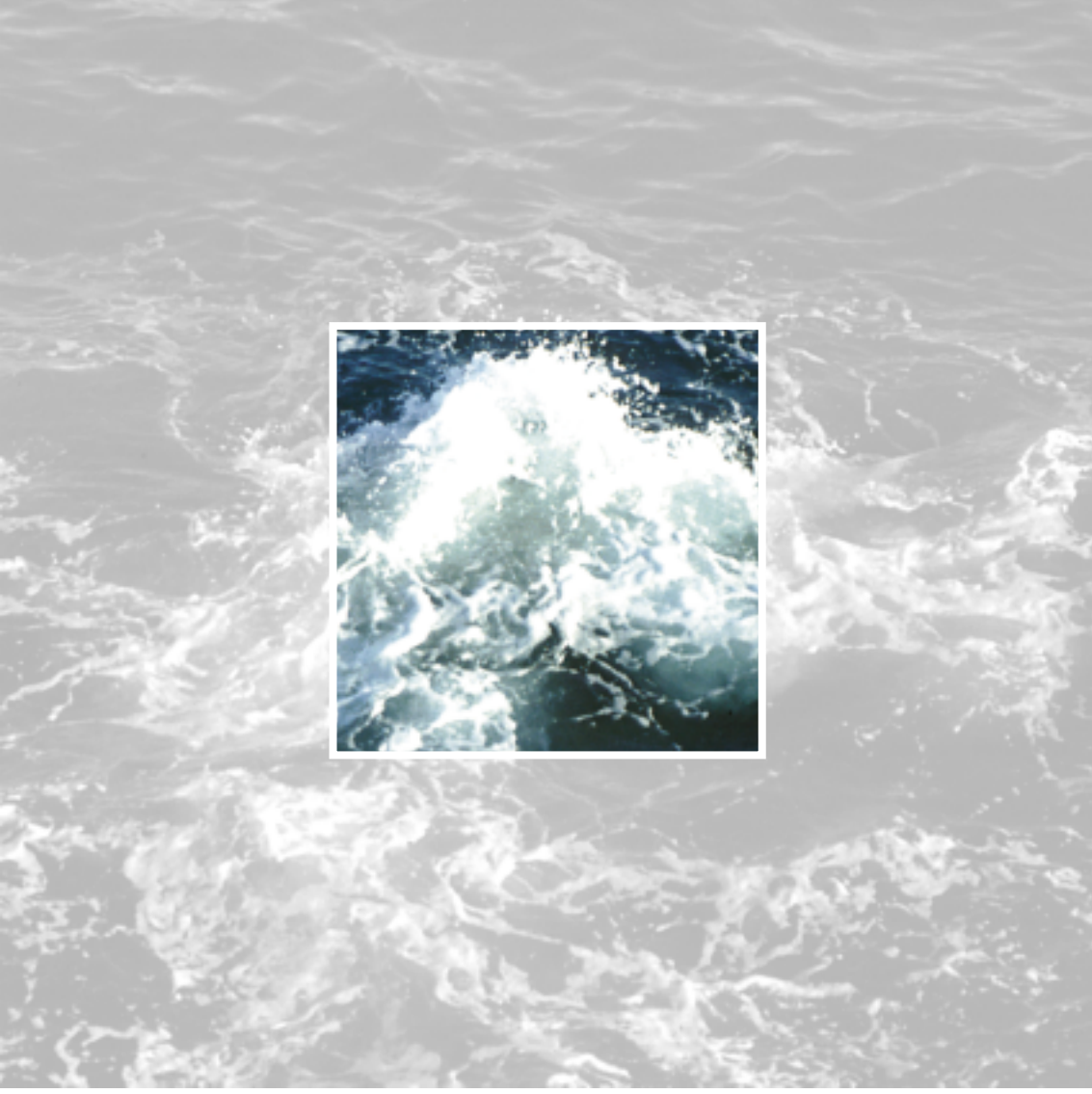
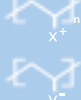
Förderung

Forschungsmittel der Wirtschafts-Strategischen Allianz, WISA der Fraunhofer-Gesellschaft

Kooperation

AgroLinz Melamin GmbH, Linz

Wasserbasierte Polymersysteme



Das Institut

Life Science

Native Polymere

Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Polymere aus dem Wasser

Neue Polyelektrolyt-Strukturen

Medizinische Wirkstoffträger im Nanometerbereich

Per Blutkreislauf zum Zielorgan

Nassfeste Stärkedispersionen

Namen, Daten, Ereignisse



Polymere und Wasser



»Wassergeborene« Polymere

Aktivitäten und Know-how des Forschungsbereichs erstrecken sich von Monomer- und Polymersynthese über Synthesemethodik, Verfahrensentwicklung, Analytik und Charakterisierung in wässrigen Systemen bis zu Anwendungen auch außerhalb von Wasser. Im Vordergrund stehen molekular gelöste und kolloidale Systeme sowie Hydrogele und Grenz- bzw. Oberflächen.

Wasser ist ein besonderes Lösungsmittel

Die besondere Struktur von Wasser und seine ungewöhnlichen Eigenschaften als Flüssigkeit machen wässrige Systeme zwar oft komplex, doch bieten sie gerade dadurch auch besondere Möglichkeiten. Das Interesse an wässrigen Systemen wächst außerdem wegen toxikologischer und ökologischer Überlegungen. Wasser ist in vieler Hinsicht ein ideales Lösungsmittel: ungiftig, unbrennbar, billig und überall vorhanden. Doch leider sind organische Verbindungen und insbesondere organische Polymere normalerweise in Wasser nur schwer oder überhaupt nicht löslich. Daher müssen viele stark polare oder ionische Gruppen eingebaut werden, um die Löslichkeit in Wasser zu vermitteln. Werden gut wasserlösliche Polymere vernetzt oder an Oberflächen angebunden, quellen sie stattdessen an und es entstehen Hydrogele. Diese haben ein großes Anwendungsfeld z.B. im Lebensmittel-, Hygiene-, Kosmetik- und pharmazeutischen Bereich. Außerdem dienen sie als Regulatoren entweder um große Mengen Wasser aufzunehmen oder um sie abzugeben.



Moleküldesign wasserbasierender Materialien

Aus dem Wechselspiel zwischen dem gezielten Einbau von hydrophilen Gruppen und der normalen Unverträglichkeit von organischen Makromolekülen und Wasser ergeben sich, — wie immer wenn Gegensätze aufeinander prallen —, vielfältige Möglichkeiten für die Chemie wasserlöslicher Polymere. Unterschiedliche Anordnungen der einzelnen Molekülfragmente führen zu ausgeprägten, vielfach konträren Eigenschaftsprofilen. Dies findet man nicht nur bei vielen natürlichen Makromolekülen, sondern zunehmend auch für synthetische Polymere: von Viskositätsreglern zu Strömungsverbesserern, von assoziativen Verdickern zu polymeren Seifen, von Flockungsmitteln zu Emulgatoren, von Superabsorbent zu Entwässerungsmitteln. In der Welt der wasserlöslichen Polymere können subtile Unterschiede im molekularen Design zu entgegengesetztem Verhalten führen. Nur erstaunlich wenige molekulare und supramolekulare Ansätze wurden aber bisher realisiert. Der breite Erfolg bereits dieser beschränkten Strukturvariationen für vielfältigste Anwendungen lässt erwarten, dass das Gebiet der wasserlöslichen Polymere in Zukunft noch manche Überraschung und Neuerung liefern wird.



Schaltbare Verbindungen als Weg zu intelligenten Materialien

Einige Verhaltensweisen wasserlöslicher Polymere laufen der normalen Erfahrung zuwider. So lösen sich viele nicht-ionische Polymere nur bei niedriger Temperatur in Wasser, jedoch nicht bei hoher. Es tritt eine sogenannte obere Mischungslücke auf, die gezielt zum Schalten genutzt werden kann: eine Temperaturveränderung von nur 1° bis 2°C lässt die Eigenschaften eines Polymers scheinbar Kopf stehen, und dies reversibel. Dieses Phänomen möchte man in Zukunft gerne zur Entwicklung sogenannter »intelligenter« Materialien und von Sensoren nutzen. Alternative Schaltprozesse beruhen auf Änderungen des pH-Wertes oder der Ionenstärke, durch Bestrahlung oder durch Zugabe von Additiven.

Selbstorganisation und Bildung von Überstrukturen

Verbindungen, die sowohl hydrophile wie auch hydrophobe Fragmente aufweisen, werden amphiphil genannt. Natürliche Lipide und Seifen sind wohl die bekanntesten Beispiele. In wässrigen Medien versuchen Amphiphile den Kontakt der hydrophilen Fragmente mit Wasser zu maximieren und gleichzeitig den Kontakt der hydrophoben Fragmente zu minimieren. Die Überlagerung dieser entgegengesetzten Bestreben führt zur spontanen,



oft kooperativ ablaufenden Selbstorganisation und zur Bildung von Überstrukturen. Im Vergleich zu niedermolekularen Amphiphilen besitzen Polymere durch die Variation ihrer Architektur viel mehr Strukturvariable, gemäß dem Bausteinprinzip. Desweiteren überlagern sich zwei Ordnungsprinzipien: die Vorgabe der Anordnung von Molekülfragmenten im Raum durch kovalente Anbindung an das Polymerrückgrat und die amphiphile Selbstorganisation der einzelnen Fragmente wirken zusammen, so dass neue Überstrukturen entstehen. So können an sich unverträgliche Komponenten miteinander zusammengeführt werden, oder verträgliche Komponenten in unterschiedliche Mikrophasen gezwungen werden. Das Verhältnis von intra- zu intermolekularer Aggregation lässt sich kontrollieren, mit entsprechenden Folgen für das Fließverhalten, z.B. von dünnflüssig bis stark verdickend. Kritische Konzentrationen lassen sich auf Null senken und somit das Aggregationsverhalten konzentrationsunabhängig gestalten. Elektrostatische und sterische Effekte kombinieren sich zur sogenannten elektrostatischen Wechselwirkung, was zu extrem effizienten Emulgatoren und Dispergiermitteln führt. Werden amphiphile Polymere zusätzlich mit schaltbaren Gruppen versehen, verstärkt die Kooperativität der Struktur- bildung den Schaltprozess und schärft die Übergänge. So lassen sich z.B.



neue und verbesserte intelligente Materialien entwickeln.

Polymerdispersionen

Auch unlösliche Polymere lassen sich vorteilhaft in Wasser herstellen oder aus Wasser verarbeiten. Dabei wird zum einen eine Trennung der Reaktionsräume in wässriger Dispersion ausgenutzt. Andererseits fallen die Polymere in Form kleiner, kompakter Teilchen an, die sich durch gutes Fließverhalten und große Oberflächen auszeichnen. Ob verbesserter Wärmeaustausch, verbessertes Absorptionsvermögen bzw. Haftung, ob Entfernung von Restmonomeren/-lösungsmitteln oder Freisetzung von Wirkstoffen, das Profil selbst altbekannter Polymere zeigt auf einmal ganz neue Facetten. Geschickte Prozessführung erlaubt dabei auch die Herstellung besonderer Gefüge, wie z.B. von Kern-Schale Teilchen. Ebenfalls lassen sich fast einheitliche Teilchen erzeugen, die wie Atome, jedoch auf einer anderen Größenskala, zu kristallisieren vermögen. Solche kolloidalen Kristalle finden starkes Interesse in der Optik, speziell in dem Kontext, elektronische Datenspeicherung, -verarbeitung und -transport durch optische Verfahren zu ersetzen. Wegen solcher Vorteile werden auch ursprünglich wasserfreie Systeme nicht-wasserlöslicher Polymere gerne in sogenannte wässrige Sekundärdispersionen überführt. Zum gegebenen



Zeitpunkt lassen sich wässrige Dispersionen wieder in wasserfreie Systeme zurückverwandeln. Der Erfolg dieses Ansatzes wird täglich und eindrucksvoll durch wasserbasierende, organische Lösungsmittel freie Anstrichfarben demonstriert, die ein nicht wegzudenken der Teil unseres Lebens geworden sind.

Verarbeitung wasserlöslicher Polymere als Dispersionen

Die Besonderheiten wässriger Dispersionen haben auch dazu geführt, dass eigentlich wasserlösliche Systeme bewusst in Dispersionen überführt werden. Geladene Polymere, Polyelektrolyte, werden bei geeignetem Molekülaufbau und geschickter Wahl der Prozessbedingungen in bestimmten Konzentrationsbereichen wasserunlöslich; das heißt, dass je nach Bedarf zwischen hochviskosen molekularen und niedrigviskosen kolloidalen Lösungen variiert werden kann. Die Reaktion zwischen zwei entgegengesetzt geladenen Polyelektrolyten führt zu ganz ähnlichem Verhalten. Je nach pH-Wert, Ionenstärke und Art eines Fremdsalzes lassen sich Löse- und Fließverhalten in weiten Grenzen steuern.

Synthesen in Wasser

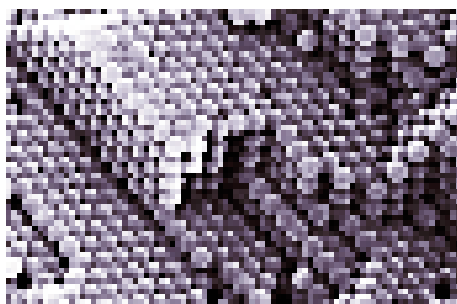
Das physikalisch-chemische Verhalten wässriger Systeme ist zwar komplex

und bietet einige Besonderheiten, doch lassen sich diese durchaus zum Vorteil nutzen. Generell schwieriger erscheint bisher die chemisch-synthetische Seite. Wasser ist ein relativ aggressives Lösungsmittel, da es sowohl ein gutes Elektrophil als auch ein gutes Nukleophil darstellt. Somit ist Wasser nicht inert gegen viele Reagentien, Katalysatoren und aktivierte Verbindungen. Darum erfordern Polymersynthesen und -umsetzungen in Wasser besonderes Know-how. Aus dem gleichen Grund sind Radikalreaktionen weit verbreitet, da diese in Wasser weitgehend ungestört ablaufen. In den letzten Jahren wurden sowohl in der Polymerchemie interessante neue Ansätze realisiert, — wie z.B. die Methoden der kontrollierten radikalischen Polymerisation —, wie auch in der niedermolekularen organischen Synthese, die Wasser wegen seiner toxikologischen und ökologischen Vorteile zunehmend als Reaktionsmedium einsetzt. Diese Entwicklungen werden auch dem Feld der wasserbasierenden Polymere zusätzlichen Auftrieb geben.

Innovation durch wasserbasierende Polymere

Der große Reichtum an Formen und Methoden wasserbasierender Polymersysteme eröffnet breite und extrem diverse Möglichkeiten für deren Herstellung und Einsatz. Das wachsende

Interesse an Wasser als Medium für chemische Reaktionen und die damit verbundenen neuen Synthesemethoden erweitern die Möglichkeiten zusätzlich. Dies betrifft einerseits die Entwicklung neuer Materialien und Hilfsstoffe. Vor diesem Hintergrund lohnt es sich andererseits auch, bei traditionell mit organischen Lösungsmitteln hergestellten bzw. verarbeiteten Produkten über mögliche wasserbasierende Alternativen nachzudenken.



Neue Polyelektrolyt-Strukturen

Engverteilte und reguläre Polyelektrolyte

Polyelektrolyte sind makromolekulare Verbindungen, die vollständig oder anteilig aus ionischen oder ionisierbaren Monomereinheiten aufgebaut sind. Ihre große wirtschaftliche Bedeutung steigt jedes Jahr: Synthetische Polyelektrolyte sind Schlüsselsubstanzen für Produktveredlungen und im Umweltschutz. Als Prozesshilfsmittel bestimmen sie die Technologie insbesondere von Fest-Flüssig-Trennprozessen maßgeblich. Natürliche Polyelektrolyte sind unverzichtbar als Träger von Lebensfunktionen. Die Synthese neuer Polyelektrolytstrukturen ist auf zwei wesentliche Parameter ausgerichtet:

- Polymere mit enger Molmassenverteilung
- Copolymere mit regulärer (nicht statistischer) Anordnung von Monomerbausteinen

Dadurch können einerseits Struktur-Eigenschafts-Beziehungen vertiefend analysiert und die Performance von Produkten optimiert werden. Außerdem sind eine Reihe von Anwendungen erst durch Polymere mit regulärem Aufbau möglich. Ein typisches Beispiel sind amphiphile Blockcopolymere. Sie werden zur Stabilisierung von Nanopartikeln und deren Formierung zu Überstrukturen eingesetzt.

Zwei-Stufen-Synthese für engverteilte Polyelektrolyte

Das Eigenschaftsbild von Polyelektrolyten wird sowohl durch die chemische Struktur der Polymerkette als auch durch Ladungsart, -dichte und -stärke sowie die Lokalisierung der ionischen

Gruppen bestimmt. Die Eigenschaften können ferner durch hydrophobe Molekülbausteine breit variiert werden. Untersuchungen zum Einfluss dieser Variablen — beispielsweise auf den Lösungszustand der Polymere — erfordern Makromoleküle mit gleichem Polymerisationsgrad bei enger Molmassenverteilung. Diese Polymere werden in einem 2-Stufenprozess synthetisiert [1]. Im ersten Schritt werden durch kontrolliert radikalische Polymerisation (mittels N-Oxylen, Dithioverbindungen, Übergangsmetallkomplexen) engverteilte reaktive Precursorpolymere hergestellt. Verwendet man leicht funktionalisierbare Monomere wie z.B. 4-Vinylpyridin (4-VP) oder Vinylbenzylchlorid (VBC), so erhält man reaktive Polymere mit Polydispersitäten kleiner als 1,3. Diese setzt man in einem zweiten Schritt zu ionischen Polymeren um.

Modellverbindungen für Struktur-Eigenschafts-Untersuchungen

Ein typisches Beispiel ist die Reaktion von Poly-VBC mit tertiären Aminen, bei der in quantitativer Ausbeute polymere quaternäre Ammoniumverbindungen gleicher Kettenlänge, aber unterschiedlicher Ladungsstärken und mit unterschiedlichen hydrophoben Strukturanteilen zugänglich sind (Bild 1). Diese Polykationen können als Modellverbindungen für Untersuchungen zum Lösungszustand und zur Wechselwirkung mit entgegengesetzt geladenen Spezies genutzt werden [1]. Viskosimetrische Untersuchungen ergaben, dass raumerfüllende Substituenten zu erhöhter Kettensteifigkeit führen. Dabei spielen die Ionenstärke des Lösungsmittels und die Art des Gegenions eine wesentliche Rolle. Experimentelle und berechnete Werte der partiellen molaren Volumina der verschiedenen Polyelektrolyte stimmen

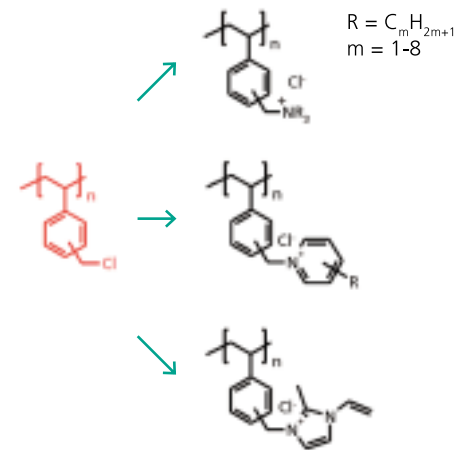


Bild 1 Synthese von Polykationen.

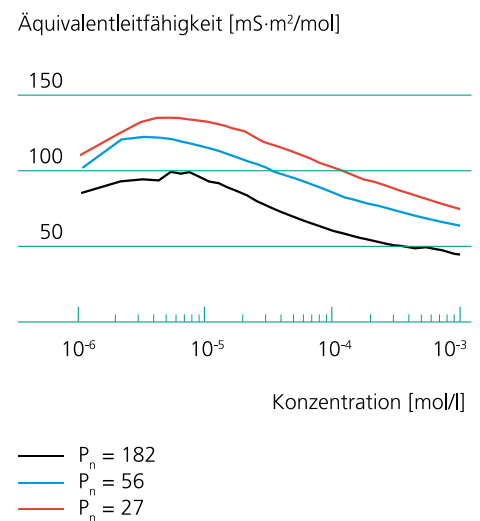


Bild 2 Molmassenabhängigkeit der Äquivalentleitfähigkeit.

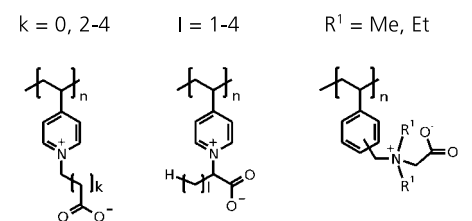


Bild 3 Strukturvariation bei Polycarboxylaten.

Polymer	Hydrophober Block	Kationischer Block	Hydrophiler nicht ionischer Block
I			-
II			-
III	-		
IV	-		
V	-		
VI	-		

Tabelle 1 Strukturvariation bei kationischen Blockcopolymeren.

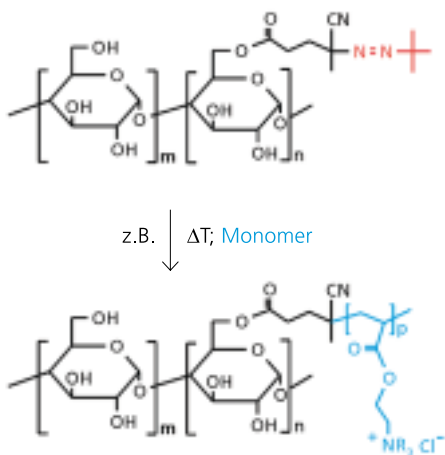


Bild 4 Kationische Stärkepfropfcopolymere aus asymmetrischen Stärkemonoazoinitiatoren.



Bild 5 Monodisperser Latex (links TEM Aufnahme, rechts Lichtreflexion).

gut überein. Die elektrochemischen Eigenschaften der Polykationen wurden durch Messungen der Äquivalentleitfähigkeit und des Aktivitätskoeffizienten der Gegenionen untersucht [2]. Beide werden nicht nur durch die chemische Struktur der engverteilten Polymeren, sondern auch durch deren Molmasse bestimmt (Bild 2). Letzteres beruht auf molmassenabhängigen Änderungen der Polyion-Gegenion-Wechselwirkungen. Damit werden theoretische Überlegungen erstmals experimentell belegt.

Wechselwirkungen bei Polycarbobetain

Poly-VBC und poly-4VP können in einfachen Reaktionen auch in engverteilte Polycarbobetaine überführt werden [3]. Deren Nettoladung kann durch Protonierung oder Deprotonierung der Carboxylgruppe leicht variiert werden. Dadurch werden Polycarbobetaine für pH-abhängige Schaltvorgänge interessant. Durch Kapillarelektrophorese [4], potentiometrische und Ladungstitration wurde am Beispiel der in Bild 3 dargestellten Strukturen der Einfluss der Molekülarchitektur auf die Wechselwirkung zwischen den Ladungsträgern pH-abhängig untersucht. Die intramolekulare Wechselwirkung nimmt mit steigendem pH-Wert in jedem Fall zu. Wachsende Spacerlängen k und Alkylkettenlängen l sowie eine verstärkte Abschirmung des quaternären Stickstoffs führen zu einer Abnahme der intramolekularen Wechselwirkungen.

Amphiphile Block-/Pfropfcopolymere

Blockcopolymeren aus kationischen und ungeladenen Blöcken (Tabelle 1) können durch radikalische Prozesse nach zwei Varianten synthetisiert werden [5]: Im ersten Fall werden zunächst

durch kontrolliert radikalische Polymerisation AB-Block-Copolymere aus einem leicht funktionalisierbaren und einem weniger reaktiven Monomer hergestellt (Beispiel: Styrol und VBC). Der reaktive poly-VBC Block kann dann, wie beschrieben, funktionalisiert werden. Es resultieren die Polymere I und II mit hydrophoben ungeladenen Blöcken und variablen Blocklängen und Blocklängenverhältnissen. Beide Parameter bestimmen das Aggregationsverhalten der Mizellbildenden Polymere. Die Polymere I sind wirksame elektrosterische Stabilisatoren bei der Emulsionspolymerisation. Ohne weiteren Emulgatorzusatz erhält man Dispersionen mit hervorragender Kolloidstabilität. Bei der Wechselwirkung von Polymer I mit Polyanionen wurden erstmals supramolekular strukturierte Polyelektrolytkomplexe erhalten [6]. Die radikalische Polymerisation mit Makroinitiatoren ergibt Blockcopolymere, die die Polymerkomponente des Initiators als einen Block enthalten. Mit Polyalkylenoxid-Monoazomakroinitiatoren und kationischen Vinylmonomeren erhält man die Polymere III-VI. III und V sind bewährte Stabilisatoren bei der Fällungspolymerisation von kationischen Vinylmonomeren in wässrigen Lösungen hoher Ionenstärke [5]. Die anfallenden langzeitstabilen Dispersionen können durch einfaches Verdünnen mit Wasser in anwendungsbereite Polyelektrolytlösungen überführt werden. Bei der Emulsionspolymerisation von Styrol mit III als Stabilisator erhält man stabile monodisperse Dispersionen. Blockcopolymere VI, die Polyseifenblöcke enthalten, bilden Mizellen mit vergleichsweise niedriger Polarität und bemerkenswertem Solubilisierungsvermögen [1].

Polymersynthesen mit Stärkeazoinitiatoren

Durch Funktionalisierung von Stärke mit reaktiven Monoazoverbindungen sind asymmetrische Stärkemonoazoinitiatoren (Bild 4) zugänglich [7]. Diese zerfallen bei thermischer Aktivierung in ein kettenstartendes Makroradikal und ein nicht initiierendes tert.-Butylradikal. Da jedes Stärkemolekül mehrere Azogruppen trägt (DS = 0,05 - 0,70), werden durch Polymerisation wasserlöslicher Monomere lösliche Stärkepfropfcopolymere gebildet. Diese sind frei von Homopolymeren, die sonst bei herkömmlichen radikalischen Pfropfvarianten stets in erheblichen Anteilen gebildet werden. Mit diesem Verfahren gelang es auch erstmals, Pfropfprodukte mit ausschließlich kationischen Pfropfästen (Bild 4) zu synthetisieren. Die Stärkemakroinitiatoren bilden abhängig vom DS in Wasser neben molekular gelösten Anteilen auch Assoziat. Sie eignen sich als zugleich emulgierende und initiierende Hilfsstoffe bei der Emulsionspolymerisation. Mit Styrol, Styrol/Butadien bzw. Styrol/Acrylaten wurden monodisperse Dispersionen (Bild 5) hoher Elektrolytstabilität erhalten. Anders als bei den literaturbekannten »Inisurfs« ist die vergleichsweise bessere Löslichkeit der neuen Initiatoren für den Prozess der Heterophasenpolymerisation sehr förderlich. Durch die Monodispersität können bei Sedimentation im Schwerfeld dreidimensionale Strukturen formiert werden. Abhängig von den Partikeldurchmessern beobachtet man typische Reflexionen des eingestrahnten Lichts (Bild 5).

Kontakt



Dr. habil. Werner Jaeger
Dr. Jörg Bohrisch
Dr. Stefano Bruzzano
Dr. Antje Lieske
Dipl.-Chem. Thomas Schimmel
M.Sc. Nathalie Sieverling
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-13 18
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: jaeger@iap.fraunhofer.de

Förderung

Deutsche Forschungsgemeinschaft, DFG
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V.
Förderkennzeichen JA 555/6-1,
JA 555/5-1, 2, 3, 97NR155

Kooperation

MPI für Kolloid- und
Grenzflächenforschung Golm,
Universität Saarbrücken,
Technische Universität Berlin,
École Polytechnique Federal de Lausanne,
Südzucker AG
BASF AG

Patentanmeldung

[7] S. Bruzzano, N. Sieverling, W. Jaeger :
AZ 101 34 560.7,

Literatur

- [1] W. Jaeger, U. Wendler, A. Lieske, J. Bohrisch, C. Wandrey: *Macromol. Symp.* 161 (2000) 87
- [2] C. Wandrey, D. Hunkeler, U. Wendler, W. Jaeger: *Macromolecules* 33 (2000) 7136
- [3] J. Bohrisch, T. Schimmel, H. Engelhardt, W. Jaeger: *Macromolecules* submitted
- [4] J. Bohrisch, O. Grosche, U. Wendler, W. Jaeger, H. Engelhardt: *Macromol. Chem. Phys.* 201 (2000) 447
- [5] W. Jaeger, B.-R. Paulke, A. Zimmermann, A. Lieske, J. Bohrisch: *Polymer Prepr.* 40 (1999) 980
- [6] A. F. Thünemann, U. Wendler, W. Jaeger: *Polym. Int.* 49 (2000) 782

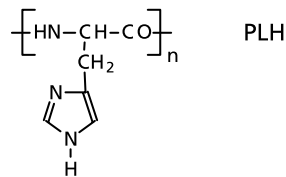
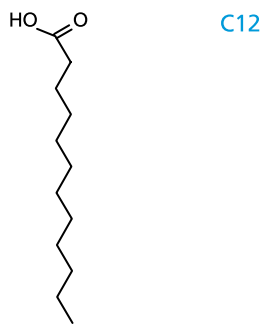
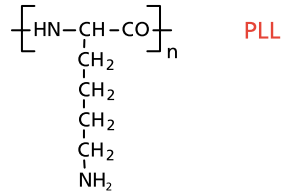
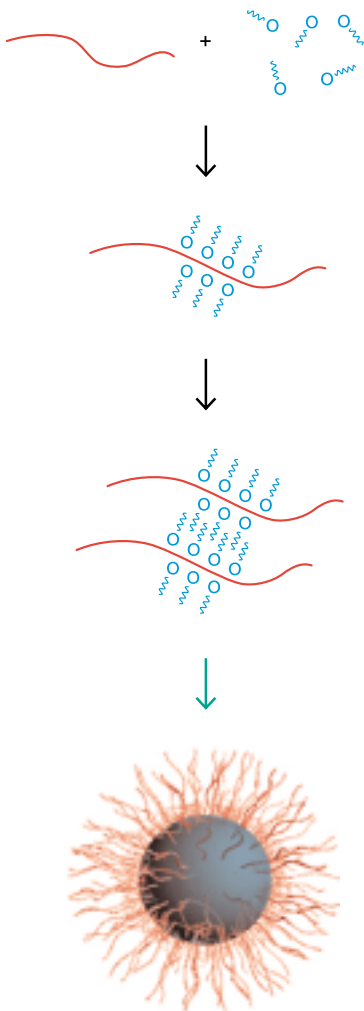


Bild 3 Chemische Strukturen der Bausteine für die Bildung von pH-sensitiven Nanoteilchen: Poly(L-Arginin) (PLA), Poly(L-Histidin) (PLH), Poly(L-Lysin) (PLL) und Dodekansäure.

Medizinische Wirkstoffträger im Nanometerbereich

Polymere Nanotechnologie

Die Nanotechnologie bestimmt die technische Entwicklung insbesondere in der Medizin und Pharmazie, denn Produkte aus diesem Bereich zeichnen sich durch hohe Wertschöpfung aus. Gesucht sind polymere Nanosysteme in Form von biomimetischen Material- und Membranstrukturen sowie Partikel im Nanometerbereich. Diese bilden einerseits die definierte Schnittstelle zwischen Arzneistoffen und dem Zielgewebe (drug carrier, drug targeting) und beeinflussen andererseits selbst die Struktur von Geweben und Proteinen. Die Gruppe »Polymere Nanotechnologie« — eine gemeinsame Initiative des Max-Planck-Instituts für Kolloid- und Grenzflächenforschung und des Fraunhofer IAP — bietet in diesem Bereich marktorientierte Forschung. Sie hat das Ziel, die Erkenntnisse aus der Grundlagenforschung aufzugreifen, weiterzuentwickeln und gemeinsam mit der Industrie auszubauen. Beispielsweise wurden in Kooperation mit dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung in Gölml Polymer-Lipid Nanopartikel als drug carrier Systeme entwickelt, die zum Patent angemeldet wurden [1].

Polymer-Lipid-Nanopartikel mit innerer Struktur

Diese Nanopartikel sind alle gleich groß (300 nm) aber unterscheiden sich in ihrer inneren Struktur. Im einen Fall sind sie schalenförmig wie eine Zwiebel aufgebaut, im anderen ähnelt der Schnitt durch das Partikel einer Torte. Dunkel dargestellt ist jeweils die Polymerschicht, hell dargestellt ist eine Lipidschicht. Die Freisetzung von Arzneistoffmolekülen aus der Lipidschicht der Partikel hängt neben

Bild 1 Schematische Darstellung von Nanopartikeln eines drug carrier Systems mit einer typischen Größe von 300 nm.

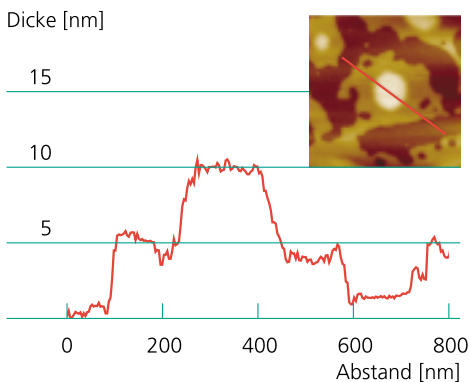


Bild 2 Höhenbild eines Nanopartikels mit Kern-Schale-Struktur, gemessen mit einem Atomic-Force-Mikroskop.

der Größe und dem Matrixmaterial der Partikel von dessen innerer Struktur ab. Polymere stabilisieren den Nanopartikel — beispielsweise gegen schnellen Abbau. Lipide sorgen für die innere Strukturierung der Partikel mit einer charakteristischen Strukturgröße von 3 nm. Ein lipophiles Arzneistoffmolekül kann nur in den lipophilen Regionen diffundieren. Die Polyelektrolyten-Regionen stellen eine Diffusionsbarriere dar.

Nanopartikel als Arzneistoffträger

Es wurden Nanopartikel von Polyelektrolyt-Fettsäure-Komplexen entwickelt, die sich als Container für eine Vielzahl fettlöslicher Arzneistoffe eignen [3]: Beispielsweise stellten wir mit der Fettsäure Dodekansäure (Kettenlänge von 12 Kohlenstoffatomen) und Polyethylenimin Partikel her, die bis zu 15 Prozent des Hormons Triiodthyronin und 20 Gewichtsprozent Q_{10} aufnehmen können. Diese Trägersysteme besitzen eine positive Oberflächenladung. Das Konzept der partikulären Nanostrukturen wurde erweitert auf die Herstellung von Arzneistoffträgersystemen mit Hilfe von Block-Copolymeren [4]. Auf diese Weise erhält man Trägersysteme mit vergleichbarer Beladungskapazität aber neutraler Oberflächenladung. Diese Teilchen weisen eine Kern-Schale-Struktur auf. Wenn sie auf einer Oberfläche eintrocknen, gleichen die Teilchen einem winzigen Spiegelei (Bild 2). Der Gesamtdurchmesser des Partikels beträgt ca. 300 Nanometer. Der Kern ist relativ kompakt und kann mit Arzneistoffen beladen werden, während die Schale vergleichsweise weich ist.

pH-sensitive Nanopartikel aus Polyamino-säuren

Die Auflösung dieser Partikel lässt sich über den pH-Wert steuern, wenn man Polyamino-säuren zur Herstellung von Nanopartikeln verwendet. Dies konnte mit Poly(L-Arginin), Poly(L-Histidin) und Poly(L-Lysin) (PLL) nachgewiesen werden [5]. Das Bild 3 zeigt die verwendeten Partikelkomponenten sowie ein Schema der Partikelherstellung: An eine PLL Kette lagern sich Fettsäuremoleküle (C_{12}) an, die unter definierten Bedingungen strukturierte Kern-Schale-Partikel ausbilden. Der Kern, der die PLL- C_{12} -Verbindung enthält, ist wieder Gasträum für Arzneistoffe (hier Q_{10}) oder molekulare Sonden (hier Pyren). Letztere erlauben ein genaues Studium des Auflösungsverhaltens der Nanopartikel bei Änderung des pH-Wertes. Die hydrophoben Moleküle Q_{10} und Pyren dienen zur Untersuchung der Partikeleigenschaften als Trägersystem. Bild 1 zeigt den Bildungsmechanismus der Nanopartikel [5]. Zuerst bilden sich blockartige Strukturen aus, indem sich Dodekansäuremoleküle an partielle Bereiche der Polyamino-säuren anlagern. In einem zweiten Schritt aggregieren diese blockartigen Strukturen und bilden Kern-Schale-Teilchen. Dabei werden die Schalen aus losen Polyamino-säuresegmenten gebildet.

Kontakt



Dr. habil. Andreas Thünemann
Telefon +49 (0) 331 / 56 8-11 27
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-25 27
E-Mail: andreas.thuenemann@iap.fraunhofer.de

Förderung

Deutsche Forschungs Gemeinschaft
Förderkennzeichen Lo418/7-1

Kooperation

Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Golm
Freie Universität Berlin, Universität Düsseldorf

Patentanmeldung

[1] A. F. Thünemann, S. General,
»Pharmakologische Zubereitung aus einem nanopartikelären mesomorphen Polyelektrolyt-Lipid-Komplex und mindestens einem Wirkstoff«
AZ 101 32 669.6
Gemeinschaftserfindung von Fraunhofer- und Max-Planck-Gesellschaft

Literatur

[2] A. F. Thünemann, J. Beyermann
»Polyethylenimine complexes with retinoic acid: Structure, release profiles, and nanoparticles«
Macromolecules 2000, 33, 6878-6885

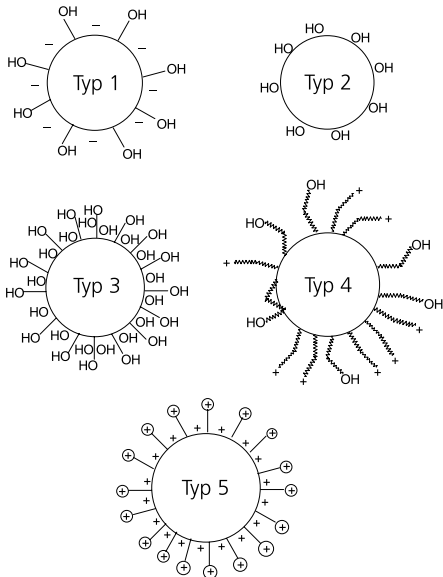
[3] A. F. Thünemann, S. General
»Nanoparticles of a Polyelectrolyte-Fatty Acid Complex: Carriers for Q_{10} and Triiodothyronine«, Journal of Controlled Release 2001, 75, 237-247

[4] A. F. Thünemann, S. General
»Poly(ethylene oxide)-b-Poly(ethylene imine) Dodecanoate Complexes: Lamellar-within-lamellar Morphologies and Nanoparticles«
Macromolecules, 2001, 34, 6978-6984

[5] S. General, A. F. Thünemann
»pH-sensitive nanoparticles of poly(amino acid)dodecanoate complexes« International Journal of Pharmaceutics 2001, 230, 11-24



Per Blutkreislauf zum Zielorgan



- Typ 1 - OSO_3Na
- Typ 4 + NR_3^+
- Typ 5 \oplus NR_3^+
- + $\text{C}(\text{NH}_2)_2^+$

Schema 1 Strukturen der Modellkolloide.

Arzneistoffträger im Körper

In der biomedizinisch-pharmazeutischen Forschung werden für das Erreichen einer medikamentösen Therapie, frei von Nebenwirkungen, zwei grundlegende Richtungen verfolgt. Zum einen ist das der gezielte Transport des Arzneistoffs zum Wirkort und andererseits seine kontrollierte Freisetzung aus einem Depot oder Träger. Beherrscht man beides, so ließen sich in Zukunft gewebespezifisch die gewünschten Konzentrationsprofile des Arzneistoffs über der Zeitachse realisieren.

Entwicklungsstand und Arbeitskonzept

Bereits in die Praxis umgesetzte, positive Resultate beim gezielten Wirkstofftransport wurden per Aerosol in die Lunge sowie per magensaftresistenter Kapsel in den Darmbereich hinein erhalten. Auch die Arzneistoffapplikation mittels Liposomen über die Haut wurde in der Entwicklung weit vorangetrieben. Weitaus weniger untersucht wurde bislang der Weg einer intravenösen Wirkstoffgabe unter Nutzung kolloidaler Träger. Dieser Variante hatte

sich eine von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) von 1995-2001 getragene, interdisziplinäre Forschergruppe im Raum Berlin verschrieben. Sie formulierte und verfolgte die Arbeitshypothese eines passiven Wirkstofftransports als Folge einer »differentiellen Plasmaproteinadsorption« beim Blutkontakt. Die beteiligten Pharmazeuten, Mediziner, Kolloid- und Polymerchemiker gingen in ihrer Konzeption davon aus, dass der wirkstoffhaltige, kolloidale Träger mit bestimmten Eiweißen aus dem Plasma besetzt wird, wenn er in die Blutbahn gelangt. Die Oberflächeneigenschaften des Trägerkolloids, seine Hydrophobie, die Ladung, funktionelle Gruppen und die Grenzflächenstruktur, sollten entscheidend dafür sein, welche Plasmaproteine und wieviel davon adsorbiert werden. Das sich ausprägende, individuelle Eiweißmuster auf der kolloidalen Oberfläche sollte den weiteren Weg im Körper vorgeben. Aus der experimentellen Erfahrung und Literaturangaben wurde damit verknüpft, dass die Bestandteile und die Mechanismen von Immunsystem, Blutkreislauf und Stoffwechsel die Richtung und den Ablauf des Weitertransports bestimmen.

Arzneistoffträger-Modelle aus dem IAP

Eingebunden in die Studien der Forschergruppe zur Überprüfung dieser Hypothese waren Modellarzneistoffträger aus synthetischen, nicht oder nur begrenzt biologisch abbaubaren Polymeren. Ihr Vorteil liegt in den langzeit-stabilen, physikochemisch bis ins Detail charakterisierbaren Oberflächeneigenschaften und der Möglichkeit begründet, mit einem »Baukastensystem Latexteilchen« nahezu unbegrenzt Kombinationen von Oberflächenparametern nach Versuchsplan

Latextyp	1	2	3	4	5
Gesamtmenge	8094	8745	409	5475	6889
Albumin	110	1723	155	1271	565
Fibrinogen	4049	3332	16	1396	3851
IgG g	1086	805	119	825	103
Ig leichte Ketten	283	170	21	240	34
IgM	192	172	20	115	159
ApoA-I	40	61	-	88	9
ApoA-IV	8	26	-	93	23
ApoJ	58	184	-	186	90
ApoC-III	147	52	-	115	62
C3 b	66	52	-	nd	110
PLS:6*	1230	402	-	110	12

Tabelle 1 Plasmaproteine auf den Teilchenoberflächen in cpm (2D-PAGE).

realisieren zu können. In einer ersten Teilstudie erfolgte eine weitgesteckte Parametervariation der Partikeleigenschaften. Enthalten war der Aspekt der Untersuchung von »Hydroxylgruppen in unterschiedlicher Ladungsumgebung« auf der Oberfläche [1]. Bild 1 zeigt die Strukturen der Modellkolloide. Mit zweidimensionaler Polyacrylamid-Gelelektrophorese (2D-PAGE) wurden dazu am Institut für Pharmazie der Freien Universität Berlin die zugehörigen Eiweißadsorptionsmuster bestimmt [2]. Ausgewählte Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Proteinadsorption als Weichenstellung

Auf dem hydrophobsten Partikeltyp 2 fand man die umfangreichste Eiweißhülle, die wenigsten Proteinanteile wurden auf den Teilchen des extrem hydrophilen Typs 3 festgestellt. Darin spiegelt sich die unspezifische Wechselwirkung zwischen hydrophoben Abschnitten der Eiweißketten und Oberflächenarealen schwach modifizierter Polystyren-Latexteilchen wider. Coulombsche Ladungsinteraktion führt dagegen zum ausgeprägten Eiweißmuster auf dem hydrophilen, positiv geladenen Teilchentyp 5, der dicht mit funktionellen Gruppen besetzt ist. Man erkennt hier auch deutlich, dass die Anteile der einzelnen Proteine gegenüber denen auf hydrophoberen Partikeln verschoben sind. Es sind individuelle Muster entstanden. Einzelne Eiweiße werden auf bestimmten Oberflächen angereichert. Andere erscheinen gegenüber ihrem Auftreten im Blut zurückgedrängt.

Arzneistoffträger-Modelle in der Blutbahn

Dieselben Teilchentypen wurden in der Klinik für Nuklearmedizin am Universitätsklinikum in Dresden mit dem kurzlebigen Radioisotop Technetium markiert und in den Blutkreislauf von Wistar-Ratten injiziert. Einen Teil der Ergebnisse zeigt Tabelle 2. Dargestellt sind die Wiederfindungsraten an Technetium in einzelnen Organen nach Injektion der markierten Teilchentypen 1-5. Zum Vergleich wurde ungebundene Markierungslösung gespritzt (TcO_4). Man erkennt, dass die hydrophoben Partikel der Typen 1,2 und 4 mehrheitlich in Leber und Milz abgelagert werden. Diese Steuerungsmöglichkeit kolloidaler Wirkstoffträger ist bekannt. Um andere Organe anzu-steuern, muss man offenbar die Oberflächen durchgreifend wasserfreundlicher gestalten. Das beweisen die Typen 3 und 5. Sie erreichen die Nieren. Typ 5 findet sich weiterhin auch im Skelett und in der Haut wieder. Das verdeutlicht, dass mit polymerchemisch sehr ähnlichen Kügelchen, wie sie die Partikeltypen 1, 2, 4 und 5 darstellen, durchaus ein gerichteter Transport im Säugetierkörper organisiert werden kann, wenn man ihre Oberflächen mit bestimmten Eigenschaften versieht. Mit einer größeren Auswahl an Matrixpolymeren für die Kugeln und Kombinationen von Oberflächenparametern müssten sich daher vielfältige Transportwege ergeben. Heute wird in Nachfolgeprojekten die Überwindung der Blut-Hirn-Schranke untersucht, wo der Einsatz kolloidaler Trägerteilchen ohne Alternative ist.

Kontakt



Dr. Bernd-Rainer Paulke
Dr. Antje Lieske
Telefon +49 (0) 331 / 56 8-11 59
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: paulke@iap.fraunhofer.de

Förderung

Deutsche Forschungs Gemeinschaft, DFG
Förderkennzeichen PA 474/4-1, PA 474/3-3

Kooperation

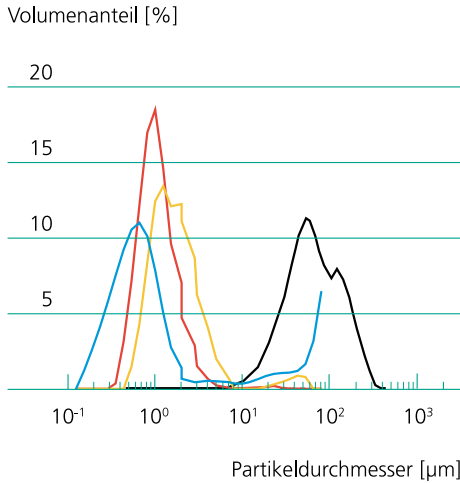
Freie Universität Berlin, Institut für Pharmazie
Technische Universität Dresden,
Universitätsklinikum »Carl Gustav Carus«

Literatur

- [1] B.-R. Paulke, P.-M. Möglich, E. Knippel, A. Budde, R. Nitzsche, R. H. Müller, Langmuir, 11 (1995) 70-74
[2] M. Lück, B.-R. Paulke, T. Blunk, W. Schröder, R. H. Müller
J. Biomed. Materials Res., 39 (1998) 478-485

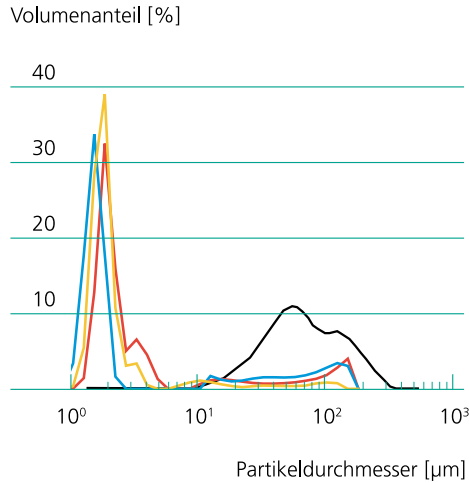


Nassfeste Stärkedispersionen



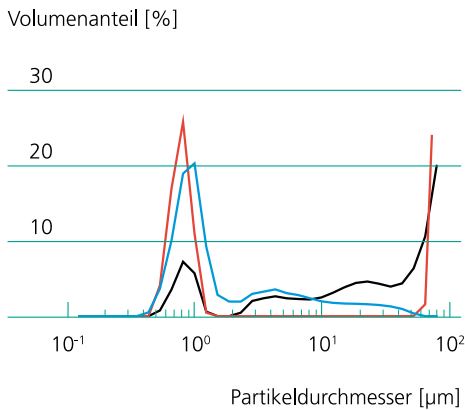
— nat. Kartoffelstärke
 — benzyliert: DS 0,15
 — DS 0,19
 — DS 0,23

Bild 1 Partikelgrößenverteilungen von Benzyl-Kartoffelstärken (Slurry-Produkt, Jet-Kocher).



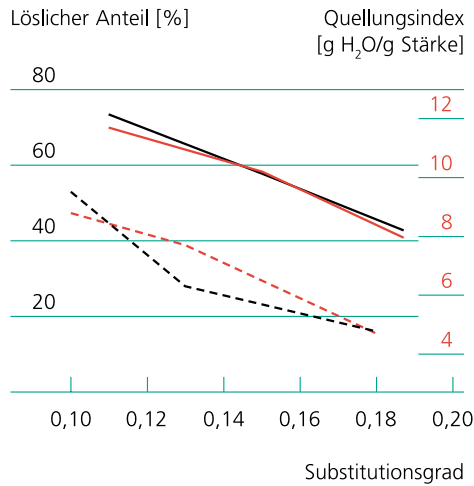
— nat. Kartoffelstärke
 — benzyliert: DS 0,10
 — DS 0,13
 — DS 0,18

Bild 3 Partikelgrößenverteilungen von Benzyl-Kartoffelstärken (Autoklav-Produkt).



— Benzyl-Maisstärke DS 0,17
 — DS 0,22
 — Benzyl-Kartoffelstärke DS 0,17

Bild 2 Partikelgrößenverteilungen von Benzylstärken (Slurry-Produkt, Extruder).



— Slurry-Produkt
 - - - - Autoklav-Produkt

Bild 4 Benzyl-Kartoffelstärkedispersionen (20 % Trockensubstanz) — Abhängigkeit von Quellungsindex und löslichem Anteil von Herstellungsverfahren und DS.

Chemische Hydrophobierung von Stärken

Die Nachfrage nach Werk- und Wertstoffen auf der Basis nachwachsender Materialien steigt. Stabile hydrophobe Stärkedispersionen können in Zukunft synthetisches Material teilweise oder vollständig ersetzen. Diese Stärke-derivate werden beispielsweise in Leimen oder Bindern eingesetzt. Gegenwärtig reicht deren Nassfestigkeit oft nicht aus. Deshalb müssen unerwünschte Additive wie z.B. Formaldehyd oder Zirkon(II)-Verbindungen zugesetzt werden. Chemische Hydrophobierung mit einer anschließenden Fragmentierung stellt ein aussichtsreiches Verfahren zur Erhöhung der Nassfestigkeit dar (neben anderen wie der Vernetzung). Die verschiedenen Parameter sowohl des Synthese- als auch des Fragmentierungsschritts wurden in diesem Projekt systematisch und umfassend optimiert. Die entstehenden Feststoffe und Dispersionen charakterisierten wir hinsichtlich ihrer chemischen und physikochemischen Parameter u.a. durch NMR, GPC, Partikelgrößenbestimmung und Dispersionsanalytik. Die Stärke wurde sowohl an der Stärkekornoberfläche derivatisiert (heterogenes Slurry-Verfahren) als auch nach Auflösung direkt am Makromolekül (homogenes Autoklav-Verfahren). Als Stärkesubstrate dienten Kartoffel- und Maisstärken verschiedener Abbaugrade. Benzylchlorid eignet sich als optimales Hydrophobierungsreagenz neben bestimmten Epoxiden. Wir bieten optimierte Verfahrensvorschriften zur Benzylierung verschiedener Stärkesubstrate sowohl im Slurry- als auch im Autoklav-Verfahren. Dabei erzielten wir die für Dispersionen günstigen Substitutionsgrade (DS) zwischen 0,10 und 0,25

(ermittelt aus $^1\text{H-NMR}$ -Daten) bei Reaktionsausbeuten von allgemein 70 bis 80 Prozent.

Herstellung der Dispersionen

Zur Herstellung der Dispersionen untersuchten wir systematisch mögliche Fragmentierungen durch Verdünnen homogener Lösungen bzw. Verarbeitung mittels Ultraturrax, Jet-Kocher, Extruder oder Autoklav. Druckkochung im Autoklaven und die Dispergierung mittels Ultraturrax erwiesen sich als ungeeignete Methoden. Im ersten Fall dominieren Abbaureaktionen, im zweiten ist der Energieeintrag durch den Ultraturrax — im angestrebten DS-Bereich größer als 0,1 — zu gering. Es entstehen keine Partikelfragmente. Die Druckkochung im Jet-Kocher liefert dagegen hydrophobe Dispersionen bis zu DS-Werten von 0,23 mit Partikeldurchmessern im Bereich von 1 μm (Bild 1). Diese sind z. T. ohne weitere Zusätze über viele Monate stabil. Optimale Ergebnisse werden hier mit Benzyl-Kartoffelstärken erzielt.

Weniger Transportgewicht durch Extrusionsverfahren

Auch mittels Extrusion hydrophober Stärkematerialien entstehen Feststoffe, die sich leicht in Wasser dispergieren lassen (Bild 2). Dies hat vor allem den technischen Vorteil, dass sich das Transportgewicht entsprechend verringert. Allerdings wird im Extruder allgemein ein deutlicher Molmassenabbau beobachtet. Jet-Kocher und Extruder liefern Dispersionen aus nichtstatistisch substituierten Stärkefragmenten. Dispersionen mit statistisch substituierter disperser Phase erhält man durch »Verdünnung« von Materialien aus dem Autoklaven (Bild 3). Zum Vergleich dieser beiden Dispersionsqualitäten

wurden bei der Herstellung jeweils Stärkeart, Substitutionsgrad und Trockensubstanzgehalt der Dispersion möglichst konstant gehalten. Die strukturellen Unterschiede führen zu deutlichen Differenzen im rheologischen Verhalten, im löslichen Anteil und im Wasserrückhaltevermögen (Quelungsindex) des Sediments. So variiert z.B. der lösliche Anteil von Benzyl-Kartoffelstärke-Dispersionen jeweils vergleichbarer DS-Werte zwischen 42 und 73 Prozent (nichtstatistische Verteilung, Jet-Kocher) bzw. zwischen 16 und 53 Prozent (statistische Verteilung) (Bild 4).

Stärkedispersionen nach Maß

Wir bieten die Möglichkeit, je nach Anwendungserfordernis auf eines der drei erfolgreich getesteten Verfahren zurückzugreifen. Nach optimierten Vorschriften können Dispersionen hydrophob modifizierter Stärken mit DS-Werten zwischen 0,1 und 0,25 (Trockensubstanzgehalt bis 40 Prozent) mit deutlich unterschiedlichen Eigenschaften hergestellt werden. Mittels Extruder werden zudem entsprechende dispergierfähige Feststoffe zugänglich.

Kontakt



Dr. Jörg Bohrisch
Dr. Waltraud Vorweg
Dr. Sylvia Radosta
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-13 31
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-30 00
E-Mail: joerg.bohrisch@iap.fraunhofer.de

Förderung

Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V.,
Förderkennzeichen 98NR022

Kooperation

Emsland-Stärke GmbH

Namen, Daten, Ereignisse



Das Institut

Life Science

Native Polymere

Funktionale Polymersysteme

Synthese- und Polymertechnik

Wasserbasierende Polymersysteme

Namen, Daten, Ereignisse

Gemeinschaftsprojekt »Die lebende Zelle«

Wissenschaftspark Golm — Vom Mikrokosmos zum Weltall

Messebeteiligungen 2001

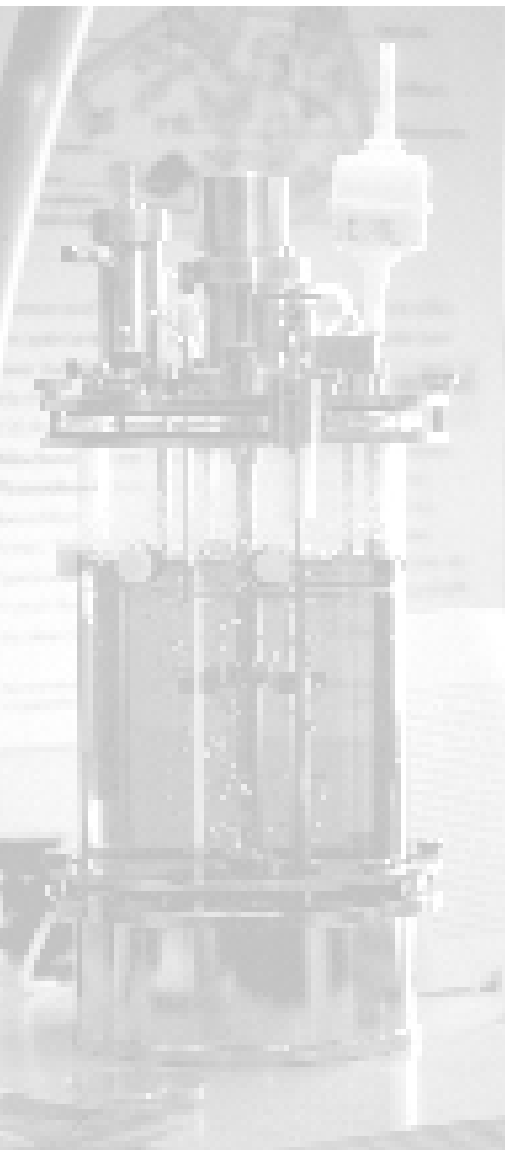
Promotionen

Wissenschaftliche Zusammenarbeit

Publikationen und Präsentationen

Patente

Gemeinschaftsprojekt »Die lebende Zelle«



Das Leben kommt auf alle Fälle aus einer Zelle (Heinz Erhard)

Egal ob Bakterium, Pflanze oder Mensch, jedes Lebewesen besteht aus Zellen. Sie sind die Basis des Lebens. Die molekularen Abläufe in den lebenden Zellen untersuchen und nutzen Wissenschaftler aus ganz unterschiedlichen Fachdisziplinen. Anlass genug für zehn wissenschaftliche Einrichtungen aus Berlin und Brandenburg, sich im »Jahr der Lebenswissenschaften« mit einem gemeinsamen Projekt am »Schaufenster der Wissenschaft« zu beteiligen. Unter dem Motto »Die lebende Zelle« ermöglicht das interdisziplinäre Gemeinschaftsprojekt den Besuchern eine Reise in und rund um die Zelle. Interessierte können sich über die unterschiedlichen Ansätze der Forschung informieren, selber experimentieren und diskutieren.

*Kunstprojekt Cytonia
und Gläsernes Labor*

Ein ungewöhnliches Eintauchen in das Innere der Zelle offeriert »Cytonia« mit einem Modell des Zellinneren zusammen mit einer Videoinstallation, entwickelt und umgesetzt von einer Studentin der Kunsthochschule Weißensee.

Das Erbmateriale der Zellen — die sogenannte DNA — kann sogar sichtbar gemacht werden: Die Besucher können selber vor Ort in dem »Gläsernen Labor« die DNA aus Früchten isolieren.

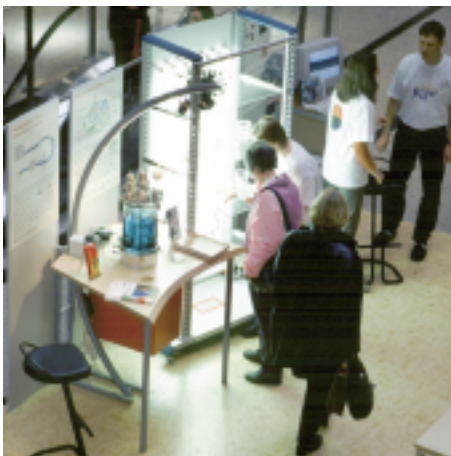
*Roboter und Moleküldesign
für die Medizin*

Dem genetischen Anteil einer Erkrankung kann man mit Hilfe von Robotern auf die Spur kommen: Das Deutsche Humangenomprojekt und das Dahlemer Max-Planck-Institut für Molekulare Genetik zeigen, wie Roboter den Informationsspeicher der Zelle — das Genom — unter die Lupe nehmen und gleichzeitig tausende von Gene in den Zellen untersuchen. Um neue Medikamente zu entwickeln, benötigen die Wissenschaftler Informationen zur räumlichen Struktur von Proteinen, den wichtigen Akteuren in der Zelle. Das Design optimaler Wirkstoffe, kleiner Moleküle, die genau zu einem bestimmten Protein passen und z.B. das Weiterleiten eines Schmerzsignals im Körper unterdrücken, präsentieren das Koordinationszentrum für Strukturforschung und die Proteinstrukturfabrik. Dort können Besucher an Hand von dreidimensionalen Modellen selber ausprobieren, wie Proteine einander erkennen.



*Biofabrik Pflanze — Nahrungsmittel
und Industrie-Werkstoff*

Wie Ballaststoffe aus Pflanzenzellen vor Krebs und Erkrankungen des Darms schützen, erfahren die Besucher am Stand des Deutschen Instituts für Ernährungsforschung, des Interdisziplinären Forschungsverbundes Humangenomforschung und des Max-Planck-Instituts für Molekulare Pflanzenphysiologie. Ein Mikroskop ermöglicht einen direkten Blick auf die Ballaststoffe in den Zellen der Pflanzen. Pflanzenzellen liefern auch eine Vielzahl von biologisch abbaubaren Produkten für die industrielle Fertigung. Naturfaser verstärkte Materialien, wasserlösliche Folien aus Stärke und Mikrokapseln für Arzneimittel sind Beispiele für die neue Nutzung der pflanzlichen Zellen als »Biofabriken«, die das Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung, das Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie und das Projekt »Genomanalyse im Biologischen System Pflanze« gemeinsam zeigen.



Vom Mikrokosmos zum Weltall — Tag der Offenen Tür im Wissenschaftspark Golm



Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung

Filmvorführung

- Vom Polymer zum Faden
- Anis und Orangenduft in Mikrokapseln
- Vom Polymer zum Display

Institutsführung

- Mikroverkapselung — Wie kommt der Duft ins Papier?
- Leuchtende Kunststoffe — Neue Displays und Lichtwandler
- Forschung im Industriemaßstab — Technikum zur Herstellung von Wursthüllen aus Cellulose

Ausstellung im Foyer

- Stärke — Von der Kartoffel zur Folie
- Oberflächentechnik — Wasserfeste Textilien
- Vom Flachs und Hanf zum Autocockpit

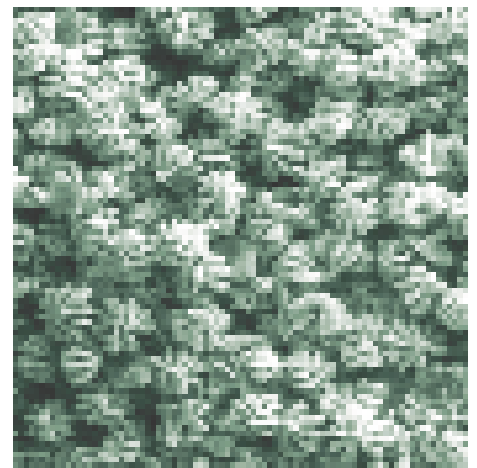
Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung

Institutsführung

- Computersimulation — Die Wunderwelt der Membranen
- Vesikel — Kapseln des Lebens
- Atomic Force Microscopy — Plattenspieler mit atomarer Auflösung
- Konfokale Mikroskopie — Ein 3D-Mikroskop
- Ultraabsorber — Die wunderbare Verdickung von Wasser
- Analytik — Laser, Zentrifugen und Partikel in Bier und Wein

Surfen auf Hochgeschwindigkeits Grafikrechnern

Max-Planck-Wissensquiz



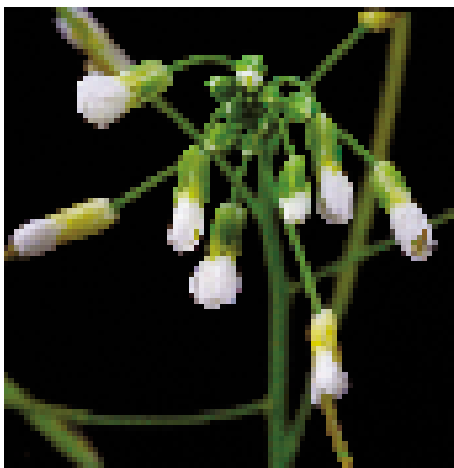
**Max-Planck-Institut für
Molekulare Pflanzenphysiologie**

Vortrag

- Grüne Biotechnologie —
Erfordernis für die Zukunft mit
Videopräsentation zur grünen
Gentechnik

Wissenschaft zum Anfassen

- DNA Küche,
- Führung durch die Gewächshäuser
und Freilandversuche
- Computerspiele rund um
die grüne Gentechnik
- Essen der Zukunft —
Debattenspiel
- Das kleinste botanische Experiment
- GENiale Buttons zum Selbermachen



**Max-Planck-Institut für
Gravitationsphysik**

Vorträge

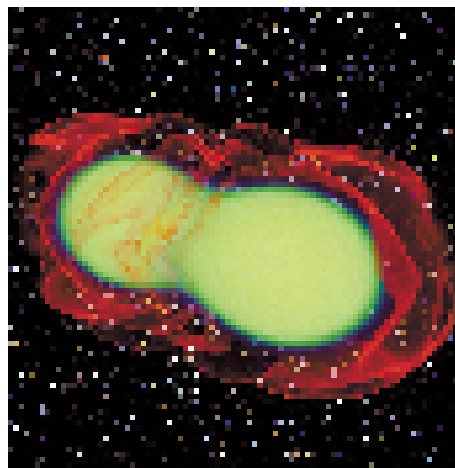
- Kosmische Katastrophen —
Wenn Schwarze Löcher
zusammenstoßen
- Gravitationswellen —
Eine neues Fenster zum Universum
- Gravitationslinsen —
Lichtbrechung im All
- Vom Teilchen zum String —
Die Suche nach der Weltformel
- Einsteins Erben —
Das relativistische Universum

Bibliothek

- Wissenschaftliche Literaturrecherche
- Zeitschrift im Internet —
Living reviews in reality

Ausstellung im Foyer

- Laser-Ohren lauschen dem
Urknall-Echo —
Vorführung eines Interferometers
- Zeitreisen am Billardtisch



Messebeteiligungen 2001

European Coatings Show 2001 03.-05. April, Nürnberg

Die Marktentwicklung von Farben und Lacken verlangt vor allem möglichst emissionsfreie und umweltfreundliche Rezepturen. Fünf Fraunhofer-Institute zeigten neue Entwicklungen und Praxisbeispiele zum Thema:
Kreativ entwickeln — innovativ beschichten — zuverlässig prüfen

- Fassadenbeschichtungen
- Solartechnik
- Multifunktionelle ORMOCER®-Lacke
- Pulverlackierungen von Holzwerkstoffen
- Prüf- und Messtechnik

Techtexil 24.-26. April, Frankfurt a.M.

Technische Textilien ersetzen und ergänzen zunehmend andere Werkstoffe. Dabei bestimmen die Oberflächeneigenschaften maßgeblich die Verwendungsmöglichkeit. Am Fraunhofer IAP werden Textiloberflächen durch Plasmabehandlung aktiviert und modifiziert. Es wurden folgende Produktentwicklungen präsentiert:

- Antibakteriell ausgerüstete Oberflächen
- Hydrophobierte Baumwolle als Beispiel für wasserabweisende Textilien
- Hydrophilisierte Oberflächen z.B zur besseren Bedruckbarkeit, Färbung und Benetzung von Textilien

Naro-Tech 05.-06. Sept., Erfurt

Nachwachsende Rohstoffe formen die Zukunft. Durch Verbundwerkstoffe mit besseren mechanischen Eigenschaften können faszinierende Entwicklungen umgesetzt werden und neue Hochleistungsprodukte im Fahrzeugbau eingesetzt werden. Das Fraunhofer IAP zeigte Produktentwicklungen aus folgenden pflanzlichen Rohstoffen:

Cellulose

- Regeneratfasern, Naturfasern, Folien, Cellulosefaser verstärkte Kunststoffe

Stärke

- Funktionalisierung für wässrige Systeme, Modifizierte Stärke und Biokunststoffe

Polyactid

- *Implantate*, Mikrokapseln, Verpackungen



Materialica 2001
01.-04. Okt., München,

Die Industrie stellt immer höhere Anforderung an Werkstoffe. Sie müssen langlebig und leistungsfähig sein, umweltschonend, aber preisgünstig. Erst die intelligente Verknüpfung von neuen Werkstoffen und Prozesstechnologien für Bauteile schafft Wettbewerbsvorteile. Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile stellte Lösungen in folgenden Bereichen vor:

- Simulation Fertigungsschritte
- Hochleistungskeramik
- Leichtbau
- Nachwachsende Rohstoffe
- Photochrome Polymere für optische Datenspeicher
- Spanende Hartbearbeitung
- Laser- und ultraschallunterstützte Prozesse
- Hohlfasern- und Filterelemente
- Adaptronik
- Werkstoffkonzepte und Technologieketten

www.vwb.fraunhofer.de

K 2001
25. Okt.-01. Nov., Düsseldorf

Modifizierungen an der Oberfläche und in dünnen Schichten von Polymeren schaffen Werkstoffe mit neuen Eigenschaften: Neue Materialien als Voraussetzung für verbesserte oder neue technische Produkte. Die Institute des Fraunhofer-Themenverbundes Polymere Oberflächen, POLO, zeigen Beispiele für:

- Oberflächen mit Barrierefunktionen
- Oberflächen mit Schutzfunktionen
- Oberflächen mit antimikrobiellen Funktionen
- strukturierte Oberflächen
- haftungsoptimierte Grenzflächen.

für Bauteile wie:

- Spritzgussteile
- Schicht- und Verbundaufbauten
- tiefgezogene Formteile
- Beschichtungen
- Textilien und non wovens

www.polo.fraunhofer.de

Materials Experience
15.-16. Nov., Frankfurt a.M.

Die intensive Auseinandersetzung mit Materialien und entsprechenden Verfahren- und Veredelungstechniken gehörte schon immer zu den Aufgabenfeldern der Designer. Der Rat für Formgebung lud ein zur Auseinandersetzung mit dem Thema Neue Materialien. Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile stellte innovative Materialentwicklungen in folgenden Bereichen vor:

- Metallschäume für den Leichtbau
- Witterungsbeständige Dekorschichten auf Glasfassaden,
- innovative Wege der Holzbearbeitung
- Mikroverkapselte Duft- und Farbstoffe als Verschleißanzeige in galvanischen Schichten
- Naturfaser verstärkte Materialien für Autoinnenteile

www.vwb.fraunhofer.de



Promotionen



Statische Lichtstreuung an Cellulose in Lösungsmittelsystemen mit N-Methylmorpholin-N-oxid
Ulrich Drechsler

Ziel war es, eine Methode zur Auflösung von Cellulose in Lösungsmittelsystemen mit N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMNO) zu entwickeln und die erhaltenen Lösungen mittels statischer Lichtstreuung (SLS) bei Raumtemperatur zu charakterisieren. In einem ersten Schritt wurden Lösungsmittel getestet, die nach Zugabe zu Cellulose/NMMNO-Monohydrat-Schmelzen ein Erstarren bei Raumtemperatur verhindern sollten. Durch den Einsatz dipolar aprotischer Lösungsmittel wurde zwar die erforderliche Schmelzpunktniedrigung, jedoch kein molekulardisperser Lösungszustand erreicht. In einem zweiten Schritt wurden daher Lösungsmittelkomponenten gesucht, die in Verbindung mit NMMNO Cellulose direkt bei Raumtemperatur lösen. Ein Lösungsmittelsystem bestehend aus NMMNO, H₂O und Diethylentriamin mit einem molaren Verhältnis der Komponenten von 1 : 2 : 2 erwies sich für die Herstellung molekulardisperser Celluloselösungen und die anschließende SLS-Untersuchung als besonders geeignet. Auf diese Weise war es möglich, molekulare Daten wie das Gewichtsmittel der Molmasse M_w , den Trägheitsradius R_G und den zweiten osmotischen Virialkoeffizienten A_2 zu bestimmen. Zur Bewertung der Ergebnisse dienten viskosimetrische Messungen an Cellulose in Metallkomplexlösungsmitteln und die Untersuchung von Cellulose-tricarbanilaten mittels GPC-MALLS. Es konnte gezeigt werden, dass die SLS-Ergebnisse in einem Bereich lagen, der auch mit den routinemäßig eingesetzten Methoden gefunden wird.



Einfluss photochemischer Prozesse auf Dynamik und Ordnung photochromer Polymere
Beate Sapich

Gegenstand der Arbeit sind Beiträge zur Aufklärung wechselseitiger Einflüsse von Photoreaktionen einerseits und von Ordnung und Dynamik andererseits. Dazu wurden amorphe und flüssigkristalline Azobenzene- oder Zimtsäureestereinheiten enthaltende Hauptketten- und Seitengruppenpolymere untersucht. Verschiedene physikalische Eigenschaften der Polymerfilme wurden durch die E/Z-Photoisomerisierung von Azobenzengruppen bzw. durch E/Z-Photoisomerisierung und Photocycloaddition von Zimtsäureestereinheiten variiert. Die Filme smek-tischer Polymere stellen einen Nicht-Gleichgewichtszustand dar. In diesem unterliegen die mesogenen Einheiten spontan einer homöotropen Orientierung und bilden H-Aggregate aus. UV-Bestrahlung bewirkt den Abbau der supramolekularen Ordnung flüssigkristalliner Polymerfilme und überführt sie in einen mobileren Zustand. Bei weiterer Bestrahlung wird die Orientierungsordnung bei Polymeren mit Zimtsäureestereinheiten jedoch durch die Vernetzung eingefroren. Durch Bestrahlung mit linear polarisiertem Licht konnte optische Anisotropie durch winkelabhängige Photoselektion oder durch Photoorientierung im photostationären Gleichgewicht induziert werden. Besonders hervorzuheben ist die Photoorientierung eines Hauptkettenpolymers mit Azobenzeneinheiten. Weiterhin konnte nachgewiesen werden, dass photoinduzierte Anisotropie in Polymerfilmen mit Zimtsäureestereinheiten im wesentlichen durch Photoorientierung infolge E/Z-Photoisomerisierung bewirkt wird.

Radikalische Funktionalisierung von Stärke

Stefano Bruzzano

Ziel dieser Promotion war die Synthese und Charakterisierung neuer kationischer Stärkepfropfcopolymere, deren Herstellung mittels klassischer Methoden der radikalischen Funktionalisierung von Stärke nicht gelingt. Das zu entwickelnde Pfropfverfahren sollte sich dadurch auszeichnen, dass in wässriger Lösung hohe Monomerumsätze ohne wesentliche Bildung an Homopolymerisat erzielt werden. Darüber hinaus sollte die Frage geklärt werden, in welchen Grenzen sich unterschiedliche Produktstrukturen generieren und, z.B. als Flockungsmittel in Trennprozessen, anwenden lassen. Zur homopolymerfreien Gewinnung von Stärkepfropfcopolymeren wurden Pfropfpolymerisationen mit Azogruppen tragenden Stärke-Initiatoren durchgeführt. Dazu sollten sowohl symmetrische (Zerfall in zwei gleiche Makroradikale) als auch asymmetrische Makroinitiatoren (Zerfall in ein Makroradikal und ein niedermolekulares Radikalfragment) hergestellt werden. Die Makroinitiatoren wurden durch chemische Funktionalisierung von niedermolekularen Azoinitiatoren und nachfolgende Umsetzung mit Stärke hergestellt. Die Synthese der symmetrischen Stärke-Initiatoren führte nicht zu den gewünschten Strukturen: So werden bei thermischer Aktivierung dieser Makroinitiatoren u.a. niedermolekulare Starterradikale erzeugt, die eine Homopolymerisation auslösen können. Dagegen wurden mit asymmetrischen Stärkeinitiatoren homopolymerfreie Pfropfprodukte erhalten. Es gelang damit erstmals, Stärkepfropfcopolymere radikalisch herzustellen, deren Pfropfäste ausschließlich durch

kationische Struktureinheiten aufgebaut sind. Dieser Prozess wurde kinetisch untersucht und die resultierenden Produkte hinsichtlich chemischer und molekularer Struktur analysiert. Zunächst wurden eine Reihe von wasserlöslichen Makroinitiatoren mit verschiedenen Molmassen (10^4 und 10^5 g/mol) und Substitutionsgraden DS (0,04-0,13) synthetisiert. Abhängig vom DS und der Molmasse liegen neben einem molekular gelösten Anteil auch Assoziate des Makroinitiators in wässriger Lösung vor. Ist die Molmasse der Substrate im typischen Bereich der Maltodextrine (10^3 - 10^4 g/mol), so verfügen die Makroinitiatoren in Wasser über eine Oberflächenaktivität, wie sie für nichtionische Tenside ($\text{cmc} \sim 10^{-2}$ g/l) zu erwarten ist. Die kinetische Analyse der makroinitiierten Pfropfpolymerisation belegt, dass Übertragungsreaktionen (Monomer, Stärke,...), wie auch ein möglicher Kettenstart durch das niedermolekulare Radikalfragment (tert.-Butylradikal), zu vernachlässigen sind. Dadurch kommt es im Pfropfprozess zu keiner nennenswerten Bildung an Homopolymer. Desweiteren konnte gezeigt werden, dass für kleine Umsätze eine ideale Kinetik bzgl. Monomer- und Initiatorkonzentration unabhängig vom Substitutionsgrad erhalten wird. Je höher hingegen der DS ist, desto schneller zerfallen die Makro-Initiatoren in Lösung, ohne dass die Polymerisationsgeschwindigkeit entsprechend zunimmt. Die Ursache dafür liegt in einer geringeren Radikaleffektivität für höhersubstituierte Makroinitiatoren. Die kinetischen Ergebnisse dokumentieren somit, dass mit einer signifikanten Erhöhung des Substitutionsgrades kein wesentlicher Anstieg der Pfropfdichte verbunden ist. Dieser Sachverhalt ließ sich nochmals mit Hilfe der Charakterisierung von Pfropfprodukten aus verschieden sub-

stituierten Makroinitiatoren quantitativ belegen. Die Beeinflussung der Pfropfdichte — sie beträgt ca. 10^3 Anhydroglucoseeinheiten je Pfropfkette — ist begrenzt. Die Monomerumsätze hingegen sind hoch und die Länge der Pfropfäste ist stets variabel gestaltbar. In der Erprobung als Flockungsmittel erwiesen sich die kationischen Pfropfprodukte gegenüber entsprechenden Mischungen aus Homopolymer und Stärke als wirksamer. Weiterführende Untersuchungen (FH-Diplomarbeit Christoph Wieland) zeigten, dass sich durch Verwendung von kationischen Stärkesubstraten als Pfropfgrundlage die Flockungseffizienz der Produkte steigern lässt. Die Oberflächenaktivität der asymmetrischen Stärkeinitiatoren in wässriger Lösung ermöglicht deren Einsatz als gleichzeitig initiierende und emulgierende Hilfsstoffe in der Emulsionspolymerisation (Masterarbeit Nathalie Sieverling). So wurden engverteilte Dispersionen aus Polystyrol-, Polystyrolbutadien und Polystyrolalkylacrylat-Partikeln hergestellt, die auch bei hohen Salzkonzentrationen in Lösung außerordentlich koagulationsstabil sind.

Wissenschaftliche Zusammenarbeit

Fraunhofer-Institute

- Fraunhofer-Allianz
Mikrostrukturierte Mikrokompositpartikel
- Fraunhofer-Allianz
Innovative Fassadenbeschichtungen
- Fraunhofer-Institut für
Bauphysik IBP, Holzkirchen
- Fraunhofer-Institut für
Chemische Technologie ICT, Pfinztal
- Fraunhofer-Institut für
Holzforschung, Wilhelm-Klauditz-
Institut WKI, Braunschweig
- Fraunhofer-Institut für
Rechnerarchitektur und Softwaretechnik
FIRST, Berlin
- Fraunhofer-Institut für
Schicht- und Oberflächentechnik IST,
Braunschweig
- Fraunhofer-Institut für
Silicatforschung ISC, Würzburg
- Fraunhofer-Institut für
Solare Energiesysteme ISE, Freiburg
- Fraunhofer-Institut für
Werkstoffmechanik, Institutsteil Halle, IWMH
- Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile
- Fraunhofer-Verbund Mikroelektronik
- Fraunhofer-Verbund
Polymere Oberflächen Polo

Universitäten und Hochschulen

- Brandenburgische Technische Universität
Cottbus, Lehrstuhl Angewandte Physik-
Sensorik, Polymersensoren
- FH Flensburg
- FU Berlin, Kolloidale Arzneistoffträger
- Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Institut für Polymerwerkstoffe (Merseburg),
- Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität,
Institut für Pharmazeutische Biologie, Bonn

- Philipps-Universität Marburg,
Strukturaufklärung mit Streumethoden
- TU Berlin, Polyelektrolyt-Komplexe
- Technische Universität Braunschweig,
Cellulose- und Stärkederivate
- Universität Bochum, Photochemische
Modifizierung polymerer Oberflächen
- TU Dresden, Kolloidale Arzneistoffträger
- Universität Düsseldorf,
Polyelektrolyt-Tensid-Modellsysteme
- Universität Göttingen,
Bindemittel für Holzwerkstoffe
- Universität Hannover, Photochrome Polymere
- Universität Hamburg
- Universität Jena
- Universität Kassel
- Universität Leiden (NL)
- Universität Leipzig, Kolloidale
Arzneistoffträger
- Universität Mainz, Supramolekulare Systeme
- Universität Potsdam
- Universität Saarbrücken,
Polyelektrolyt-Analytik

Andere Forschungseinrichtungen

- Bundesanstalt für Materialforschung, Berlin
- Deutsches Herzzentrum, Berlin
- Forschungsinstitut für Leder- und
Kunstledertechnologie Freiberg, Polymergele
- GKSS-Forschungszentrum, Institut für
Chemie, Teil Teltow, Kompositmembranen
- Institut für Getreideverarbeitung Potsdam-
Rehbrücke, Analytik von Algen
- Institut für Polymerforschung Dresden
Polyelektrolyt-Wechselwirkungen,
photosensitive Polymerkomplexe
- IDM Teltow, Supramolekulare Kolloide
- Max-Delbrück-Zentrum Berlin-Buch

- Max-Planck-Institut für Kolloid- und
Grenzflächenforschung, Golm
- MPI für Polymerforschung, Mainz
Flüssigkristalle, Nanostrukturen

Auslandsbeziehungen

- C.N.R.S. Institut Charles Sadron, Strasburg,
Mizellare Polymere
- Donau-Universität, Krems/Niederösterreich,
Christian-Doppler-Labor für spezifische
Adsorptionstechnologien, Adsorbenzien auf
Cellulosebasis
- École Normale Supérieure, Paris,
Supramolekulare Systeme
- École Polytechnique Federal Lausanne,
Polyelektrolyte
- Karlsuniversität Prag, Mathematisch-
Physikalische Fakultät
- Purdue-University Indianapolis,
Polyelektrolyt-Wechselwirkungen
- Université Claude Bernard Lyon I,
Neue funktionelle Polymere
- Universität Helsinki, Schaltbare Polymere
- Université catholique de Louvain, Neue
Polymerarchitekturen, Polyelektrolytkomplexe
- Universität Oslo, Reaktive und polymere
Emulgatoren
- Tongji Universität, Schanghai, Elektrete
- TU Eindhoven, Flüssigkristall-Displays
- Universität Zaragossa, Flüssigkristalline und
photochrome Funktionspolymer
- Staatliche Universität Moskau, LC und
Photopolymere
- Universität Poznan, Fluoreszenz
- Tokyo Institute of Technology, Photo-
orientierung und Photoalignment
- Institut für Physik der Ukrainischen Akademie
der Wissenschaften, Licht-induzierte Prozesse
in Polymeren und Flüssigkristallen

Internationale Gäste

- *Dr. Lala Abhinandan*
Centre for Advanced Technology, Indore,
Indien (Mikrojet-CVD), 06.09.-05.11.2001
- *Dr. G. Chen*
Zhejiang Normal University, Jinhua City,
China

Veranstaltungen

- Workshop »Innovative Fassaden-
beschichtungen« am 17.10.2001
am Fraunhofer IAP in Golm
- Industrieworkshop »Mikroverkapselung von
empfindlichen Lebensmittelzusätzen« am
29.10.2001 am Fraunhofer IAP

Messebeteiligungen

- European Coating Show, Nürnberg,
03.04-05.04.2001
- Techtexil Frankfurt, 24.-26.04.2001
- NaroTech, Erfurt, 05.-06.09.2001
- Materialica 2001, München, 01.-04.10.2001
- K, Düsseldorf, 25.10.-01.11.2001
- Materials Experience, Frankfurt a.M.,
15.-16. 11.2001

Mitarbeit in Fachorganisationen und Gremien

- *Dr. R. Danz*
OpTec Berlin-Brandenburg
- *Dr. C. Fanter*
Normenausschuss Bauwesen (NABau)
des DIN, NABau-AA 11.42.08
»Oberflächenmessverfahren«
- *Dr. H.-P. Fink*
Advisory Board der Zeitschriften »Cellulose«
und »Cellulose Chemistry and Technology«
- *Dr. H.-P. Fink*
Berliner Verband für Polymerforschung
- *Dr. H.-P. Fink*
Forschungskuratorium der
Forschungsvereinigung Werkstoffe aus
Nachwachsenden Rohstoffen

- *Dr. H.-P. Fink*
Verein Zellchemie, Fachausschuss Cellulose
und Cellulosederivate
- *Dr. A. Holländer*
Editorial Board der Zeitschrift
»Plasmas & Polymers«
- *Dr. W. Jaeger*
Berlin-Brandenburgischer Verband für
Polymerforschung
- *Dr. W. Jaeger*
Zentrum für Umweltwissenschaften der
Universität Potsdam
- *Dr. F. Loth*
Interdisziplinäres Forschungszentrum
Biopolymere der Universität Potsdam
- *Dr. F. Loth*
Fachausschuss Cellulose und
Cellulosederivate des Vereins der Zellstoff-
und Papierchemiker und -ingenieure
(Zellchemie)
- *Dr. F. Loth*
Fachausschuss Holzchemie der Deutschen
Gesellschaft für Holzforschung

Lehrtätigkeit

- *Dr. R. Danz*
Einzelvorlesung zu »Physikalisch aktiven
Polymeren« im Rahmen der Ringvorlesung
»Angewandte Polymerchemie«,
Universität Potsdam
- *Dr. H.-P. Fink*
»Einführung in die Strukturcharakterisierung
von Polymeren« im Rahmen der Ringvor-
lesung »Angewandte Polymerchemie«
der Universität Potsdam
- *Dr. W. Jaeger*
Einzelvorlesungen im Rahmen
der Ringvorlesung »Angewandte
Polymerchemie«, Einzelvorlesungen im Zyklus
»Strukturbildung in kolloidalen Systemen«,
Universität Potsdam
- *Dr. S. Janietz*
»Moderne Aspekte der Elektrochemie« und
»Elektrochemisch initiierte Polymerisation
und Moderne Aspekte des Einsatzes von
Polymeren in der Informationstechnik«
in der Ringvorlesung »Angewandte
Polymerchemie«, Universität Potsdam

- *Prof. Dr. A. Laschewsky*
Einzelvorlesungen in der Vorlesungsreihe
»Moderne Aspekte der Kolloidforschung«,
Universität Potsdam
- *Dr. J. Stumpe*
»Einführung in die Photochemie«,
»Photochemische und photophysikalische
Aspekte der Polymerphotochemie, Teil II«,
Universität Potsdam

Dissertation

- *S. Bruzzano*
»Radikalische Funktionalisierung von Stärke«,
TU Berlin, Dezember 2001
- *U. Drechsler*
»Statische Lichtstreuung an Cellulose in
Lösungsmittelsystemen mit
N-Methylmorpholin-N-Oxid«, Universität
Potsdam, Februar 2001
- *B. Sapich*
»Einfluss photochemischer Prozesse auf
Dynamik und Ordnung photochromer
Polymere«. Universität Potsdam,
Dezember 2001

Diplom- und Masterarbeiten

- *K. Murwira:*
»Polyamidamine-Systematische
Untersuchungen zum Dreistufenprozess«
TFH Berlin, Dezember 2001
- *N. Sieverling*
»Makroinitiatoren auf Stärkebasis und ihre
Anwendung in der Emulsionspoly-
merisation«, Masterarbeit, Universität
Potsdam, November 2001
- *C. Wieland:*
»Herstellung und Charakterisierung katio-
nischer Stärkepfropfprodukte und deren
Anwendung als Flockungsmittel«
FH Nürnberg, September 2001

Institutskolloquien

- *Dr. L. Abhinandan*
»Development of Excimer Lasers: Some
Applications of the Laser Beam in Material
Processing«, Center for Advanced
Technology Indore, India, 11.10.2001
- *Dr. A. Farcas*
»Electroinductive polymers with Rotaxane
architecture and potential applications«,

Publikationen und Präsentationen

Institute of Macromolecular Chemistry
6600-Iasi, Rumania, 18.09.2001

- *Dr. D. Hunkeler, Dr. Ch. Wandrey*
»Polyelectrolytes: Applications in Flocculation and Biotechnology« Laboratory of Polyelectrolytes and BioMacromolecules, Swiss Federal Institute of Technology, Lausanne, 18.01.2001
- *Prof. K. Ijiri*
»Immobilization of Single DNA Molecule by LB Technique«, Research Institute for Electronic Science, Hokkaido University, Sapporo (Japan), 31.08.2001
- *Prof. Dr. M. M. Krayushkin*
»Photochromic Diarylethenes: Synthesis and Structure«, Head of the Laboratory of Heterocyclic Compounds, N. D. Zelinsky Institute of Organic Chemistry, Russian Academy of Science, 04.12.2001
- *Prof. Dr. U. Pietsch*
»Zeitaufgelöste Strukturanalyse an organischen Schichten«, Professor für Strukturanalyse, Institut für Physik der Universität Potsdam, 12.12.2001
- *Dr. J. Rappich*
»Organische Schichten auf Silizium: Ein erster Schritt auf dem Weg zur Polymer/Silizium Heterosolarzelle«, Hahn-Meitner-Institut Berlin, 29.11.2001
- *Prof. Dr. H.-K. Roth*
»Funktionspolymere mit besonderen elektronischen Eigenschaften für Polymerelektronik und Photovoltaik«, Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e. V., 16.07.2001
- *Prof. M. Shimomura*
»Mesoscopic Patterning of Polymers and Particles by Self Organization«, Director of the Molecular Device Laboratory, Research Institute for Electronic Science, Hokkaido University, Sapporo (Japan), 31.08.2001
- *Prof. Dr. J. Szymanowski*
»Direct Oxethylation of Fatty Acid Methyl Esters and their Application in Surfactant Enhanced Separations«, Institute of Technology and Chemical Engineering, Poznan University of Technology, 02.11.2001
- *Prof. Dr. A. Valozhyn*
»Synthesis properties and applications of functionalized polyimides«, Institute for Physical Organic Chemistry at the National Academy of Science of Belarussia, 16.10.2001

Publikationen

- *U. Drechsler, S. Radosta, W. Vorwerg*
»Characterization of cellulose in solvent mixtures with N-methylmorpholine-N-oxide by static light scattering«, *Macromol. Chem. Phys.* 2000, 201, 15
- *H. P. Fink, J. Gensrich, R. Rihm, M. Voges, M. Brück*
»Structure and properties of Carbacell-type cellulosic fibres«, *Proceedings of the 6th Asian Textile Conference, HongKong, 2001*, p.1-7
- *H.-P. Fink, P. Weigel, H. J. Purz, J. Ganster*
»Structure formation of regenerated cellulose materials from NMMO-solutions«, *Progress in Polymer Science* 26 (2001) 1473-1524
- *S. Furumi, D. Janietz, M. Kidowaki, M. Nakagawa, S. Morino, J. Stumpe, K. Ichimura*
»Polarized Photoluminescence from Photo-Patterned Discotic Liquid Crystal Films«, *Chem. Mater.* 13 (2001) 1434
- *S. Furumi, D. Janietz, M. Kidowaki, M. Nakagawa, S. Morino, J. Stumpe, K. Ichimura*
»Surface-Assisted Orientational Control of Discotic Liquid Crystals by Light«, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* 368 (2001) 517
- *T. Groth, W. Wagenknecht*
»Anticoagulant potential of regioselective derivatized cellulose«, *Biomaterials* 22 (2001) 2719-2729
- *A. Holländer, J. Behnisch*
»Low pressure plasma treatments inside a closed package«, *Surface and Coating Technol.*, 142-144 (2001) 1074-1077
- *D. Janietz*
»Liquid Crystals at Interfaces«, Chapter 7 in *Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials* (Ed.: H.S. Nalwa), Volume 1, Academic Press, 2001
- *D. Janietz, D. Goldmann, C. Schmidt, J. H. Wendorff*
»Control of Structure Formation of 1,3,5-Triazines through Intermolecular Hydrogen Bonding and CT-Interactions«, in »Anisotropic Organic Materials — Approaches to Polar Order« (Ed.: R. Glaser and P. Kaszynski), ACS Symposium Series, Volume 798, American Chemical Society, Washington, D.C., 2001
- *B. Sapich, J. Stumpe, H. R. Kricheldorf, A. Fritz, A. Schönhals*
»Synthesis, Dielectrical and Photochemical Study of Liquid Crystalline Main Chain Poly(ester imides) Containing Cinnamoyl Moieties«, *Macromolecules*, 34, 5694-5701, 2001
- *D. Janietz*
»Liquid Crystals at Interfaces«, Chapter 7 in *Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials* (Ed.: H.S. Nalwa), Volume 1, Academic Press, 2001
- *S. Janietz, S. Anlauf, A. Wedel*
»New n-type rigid rod full aromatic poly(1,3,4-oxadiazole)s and their application in organic devices«, *Syn. Met.* 122 (2001), 1
- *D. Janietz, D. Goldmann, C. Schmidt, J. H. Wendorff*
»Control of Structure Formation of 1,3,5-Triazines through Intermolecular Hydrogen Bonding and CT-Interactions« in *Anisotropic Organic Materials — Approaches to Polar Order* (Ed.: R. Glaser and P. Kaszynski), ACS Symposium Series, Volume 798, American Chemical Society, Washington, D.C., 2001
- *S. Kröpke, Y. S. Akishev, A. Holländer*
»Atmospheric pressure DC glow discharge for polymer surface treatment«, *Surface and Coating Technol.*, 142-144 (2001) 512-516
- *H. Krüger, A. Wedel, S. Janietz*
»Polymer multilayer Systems for electronic Applications«, *Synth. Met.* 9150 (2001) 1-5
- *J. Kunze, A. Ebert, H.-P. Fink*
»Characterization of Cellulose and Cellulose Ethers by Means of ¹³C NMR Spectroscopy«, *Cellulose Chem. & Technol.* 34 (2000) 21-34
- *R. Nastke*
»Gezielter Stofftransport«, *Process* 1/2, (2001) 84
- *S. Radosta, M. Haberer, W. Vorwerg*
»Molecular characteristics of amylose and starch in dimethyl sulfoxide Biomacromolecules«, 2(3), 970-978, 2001
- *R. Rosenhauer, T. Fischer, S. Czaplá, J. Stumpe, A. Vinuales, M. Pinol, J. L. Serrano*
»Photo-Induced Alignment of LC Polymers by Photoorientation and Thermotropic Self-Organisation«, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 364, 295-304, 2001

Volume 798, American Chemical Society,
Washington, D.C., Juli 2001

- V. Strehmel, A. Ziegler, M. Rutloh, C. Jung, J. Stumpe, R. Ruhmann, S. Kostromin, M. Wühh, A. Niklewski, S. Reiß, C. Wöll
»NEXAFS Investigation of Photoalignment Layers Surfaces«, Bessy Report 2000, 197-199
- V. Strehmel, A. Ziegler, M. Rutloh, C. Jung, J. Stumpe, R. Ruhmann, S. Kostromin, M. Wühh, A. Niklewski, S. Reiss, C. Wöll
»Bulk and Surface Investigation of Photooriented Polymer Films«, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 368, 461-468, 2001
- A. F. Thünemann, R. H. Kublickas
»Low surface energy polysiloxane complexes«, J. Mater. Chem. 11(2001) 381-184
- A. F. Thünemann, S. General
»Poly(ethylene oxide)-b-poly(ethyleneimine) dodecanoate complexes: Lamellar-within-lamellar morphologies and nanoparticles«, Macromolecules 34 (2001) 6978-6984
- A. F. Thünemann, D. Ruppelt
»Electroluminescent polyelectrolyte-surfactant complexes«, Langmuir 17 (2001) 5098-5102
- A. F. Thünemann, S. General
»Nanoparticles of a polyelectrolyte-fatty acid complex: carriers for Q_{10} and triiodothyronine«, J. Controlled Release 75 (2001) 237-247
- A. F. Thünemann, S. General
»pH-sensitive nanoparticles of poly(amino acid) dodecanoate complexes«, International Journal of Pharmaceutics 230 (2001) 11-24
- W. Vorwerg, S. Radosta, E. Leibnitz
»Study of a preparative-scale process for the production of amylose Carbohydrate Polymers«, 47 (2002) 181-189
- E. Walenta, H.-P. Fink, P. Weigel, J. Ganster
»Structure-property relationships in extruded starch; 1. Supermolecular structure of pea amylose and extruded pea amylose«, Macromolecular Materials and Engineering 286 (2001) 456-461
- E. Walenta, H.-P. Fink, P. Weigel, J. Ganster, E. Schaaf
»Structure-property relationships in extruded starch; 2. Extrusion products from native starch«, Macromolecular Materials and Engineering 286 (2001) 462-471
- M. Wegener, W. Wirges, W. Künstler, R. Gerhard-Multhaupt, B. Elling, M. Pinnow, R. Danz
»Coating of porous polytetrafluoroethylene films with other polymers for electret applications«, Proc. IEEE Conf. on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), Kitchener, Ontario, 2001
- Y. Zakrevskyy, O. Yaroshchuk, J. Stumpe, J. Lindau, T. Sergan, J. Kelly
»3D Orientational Order in a Homologous Series of Polyesters with Azobenzene side groups and Different Lengths of the Alkylene Spacer in the Main Chain«, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 365, 415-426, 2001

Vorträge

- M. Arotçaréna, B. Heise, S. Ishaya, A. Laschewsky
»Switching the inside and the outside of aggregates of water-soluble block-co-polymers with double thermoresponsivity«, European Science Foundation (ESF) Workshop SMARTON 5, Kasteel Vaeshartelt Maastricht, 15.-18.11.2001
- X. Arys, K. Glinel, A. M. Jonas, M. M. Koetse, A. Laschewsky, P. Vuillaume
»Induction of Order in Polyelectrolyte Multilayers«, Xiangshan Science Conference on Supramolecular Systems XSCSS 2001, Xiangshan, Beijing, 19.-21.10.2001
- V. Cozan, T. Frese, S. Furumi, M. Kidowaki, M. Nakagawa, S. Mahlstedt, S. Morino, A. Stracke, K. Ichimura, D. Janietz, J. H. Wendorff
»Light Induced Molecular Orientation Control and Optical Storage in Thin Films of Discotic Nematogens«, 8th European Conference Organised Films (ECOF 8), Otranto, 03.-07.09.2001
- R. Danz, A. Büchtemann, B. Elling, M. Pinnow, R. Gerhard-Multhaupt, M. Wegener, Zh. Xia
»Polymer electrets and their applications«, 4th Internat. Conf. Advanced Polymers Via Macromol. Engineering (APME2001), Gatlinburg, 18.-23.08.2001
- G. Engelmann, G. Rafler
»Darstellung und Eigenschaften hydrophob modifizierter Stärken«, 3. Internationales Symposium Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen, Erfurt, 05.-06.09.2001
- H.-P. Fink
»Structural Characterization of Bast Fibres«, EU-COST Meeting Textile Quality and Biotechnology, Poznan, 29.-30.01.2001
- H.-P. Fink
»Strukturelle Aspekte neuer Cellulosematerialien«, Kolloquiumsvortrag, Universität Halle, FB Ingenieurwissenschaften, 09.05.2001
- H.-P. Fink, J. Gensrich, R. Rihm, M. Voges, M. Brück
»Structure and properties of CarbaCell-type cellulosic fibres«, 6th Asian Textile Conference, Hong Kong, 22.-24.08.2001
- H.-P. Fink
»Cellulose- und Werkstoffforschung im Fraunhofer IAP«
Sitzung des DGFH-Fachausschusses Holzchemie, Golm, 27.09.2001
- H.-P. Fink
»Cellulose Materials Research at Fraunhofer IAP«, Weyerhaeuser Company, Federal Way (Seattle), WA, 26.10.2001
- H.-P. Fink, P. Weigel, R. Hendriks
»Einsatzmöglichkeiten von Blasfolien aus Cellulose«, Innovationsforum des BMBF, Rudolstadt/Thüringen, 20.-21.11.2001
- M. Hahn
»Demonstrationszentrum für Polymer-synthesen — eine neue Qualität für Produkt- und Verfahrensentwicklung«, Innovationsforum, Halle, 06.-07.12.2001
- R. Hendriks, S. Beckers, P. Weigel, H.-P. Fink
»Food Casings by the Lyocell Blown Film«, Technology 96. Zellcheming Hauptversammlung, Baden-Baden, 25.-28.06.2001
- A. Holländer
»Chemische Analyse von Kunststoffoberflächen — Stand der Technik und Problemlösungen«, Fachtagung, Düsseldorf, 30.10.2001
- W. Jaeger
»Wasserlösliche Funktionspolymere und Polymerkolloide«, BASF Kunststofflabor, 12.02.2001
- W. Jaeger
»Synthetic polyelectrolytes — new structures and applications«, Université catholique de Louvain, Dep. of Chemistry, Louvain-la-neuve, 25.04.2001

- *W. Jaeger*
»Reguläre und engverteilte Polyelektrolyte«, DFG/DEHEMA-Workshop Polyelektrolyte, Frankfurt/M., 16.05.2001
- *W. Jaeger, T. Schimmel, A. Lieske, J. Bohrisch, U. Wendler*
»Amphiphilic ionically charged block copolymers«, IUPAC International Microsymposium on Nonconventional Dispersions, Smolenice (SK), 25.-28.06.2001
- *W. Jaeger*
»Ionische Polymere mit regulären Strukturen«, TU Berlin, Iwan-N.-Stranski-Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, 06.07.2001
- *W. Jaeger, T. Schimmel, J. Bohrisch, O. Grosche*
»Polycarboxybetaines: synthesis and properties«, 4th International Conference, Gatlinburg TN, 18.-23.08.2001
- *W. Jaeger, J. Bohrisch, T. Schimmel, O. Grosche, A. Lieske*
»Water soluble amphiphilic block copolymers — synthesis, properties, application«, 6th International Symposium, Eilat (Israel), 02.-06.09.2001
- *W. Jaeger, J. Bohrisch, T. Schimmel, A. Lieske*
»Water soluble block copolymers with ionic charges«, Russian-German Conference, Moskau, 01.-06.10.2001
- *D. Janietz, S. Janietz*
»Funktionalisierte thermotrope Flüssigkristalle — Molekulare Struktur, Manipulation mesomorpher Aggregationsformen und optische Speichermedien«, GDCh-Kolloquium, Universität Gießen, 16.01.2001
- *S. Janietz*
»Screening of organic materials for their application in electronic devices«, 6th Meeting ERMIS, Bad Kösen, April 2001
- *S. Janietz, A. Wedel*
»White light emitting electroluminescence device based on a polymer multilayer system«, International Conference on Electroluminescence, Los Angeles, 03.09.2001
- *S. Janietz, A. Wedel, A. Anlauf, R. Friedrich*
»Polymere Funktionsmaterialien und deren Einsatz in elektronischen Bauelementen«, Universität Linz, Physikalische Chemie, 04.05.2001
- *S. Janietz, A. Wedel, A. Anlauf, R. Friedrich*
»Polymere Funktionsmaterialien und deren Einsatz in elektronischen Bauelementen«, HMI-Berlin, August 2001
- *M. Jobmann*
»Lebensmittelrechtlich zugelassene Wandmaterialien für die Mikroverkapselung«, Workshop, Fraunhofer IAP, Golm, 29.10.2001
- *S. Kröpke, A. Holländer*
»Atmosphärendruck-Gleichspannungs-Plasma: Konzentration aktiver Spezies und Geschwindigkeit der Oberflächenoxidation von PE«, VIII. Erfahrungsaustausch, Mühlleithen, 13.-15.03.2001
- *S. Kröpke, A. Holländer*
»Plasmatechnologien für funktionelle Kunststoffoberflächen«, Innovationsforum und Kontaktbörse, Wolfen, 26.-27.04.2001
- *S. Kröpke, A. Holländer*
»Atmosphärendruck-Gleichspannungs-Plasma zur Oberflächenaktivierung von Polymeren«, 9. Neues Dresdner Vakuumtechnisches Kolloquium, 18.-19.10.2001
- *A. Laschewsky*
»Polymere aus dem Wasser — Materialien für die Zukunft«, Bayer AG, Leverkusen, 17.09.2001
- *A. Laschewsky, R. R. Rakotoaly*
»Gemini Surfactants, Triplets, Quadruplets and More of that kind«, 40. Hauptversammlung der Kolloid-Gesellschaft, Potsdam, 24.-26.09.2001
- *A. Laschewsky*
»Komplexe Polymere durch kontrollierte radikalische Polymerisation mittels Radical Addition Fragmentation Chain Transfer (RAFT)«, DEGUSSA-Goldschmidt, Essen, 19.11.2001
- *S. Radosta*
»Möglichkeiten der Charakterisierung von Cellulosederivaten mittels GPC«, DFG-Schwerpunktprogramm, Braunschweig 23.-24.11.2001
- *G. Rafler*
»Poly-L-milchsäure-Synthese, Modifizierung, Eigenschaften«, 3. Internationales Symposium, Erfurt, 05.-06.09.2001
- *G. Rafler*
»Bioabbaubare Werkstoffe und Funktionsmaterialien auf Basis von Poly-L-milchsäure« Innovationsforum, Gardelegen, 10.-11.12.01
- *G. Rafler*
»Mikroverkapselungen im Lebensmittelbereich«, Workshop, Fraunhofer IAP, Golm, 29.10.2001
- *A. Richter, W. Wagenknecht*
»Homogene Synthese nichtstatistischer Cellulosesulfate«, Workshop des DFG-Schwerpunktes Cellulose, Soltau, 31.10.-01.11.2001
- *S. Schwarz, J. Nagel, A. Janke, K.-J. Eichhorn, W. Jaeger*
»Electrostatic self-assembled nanoarchitectures with polyelectrolytes of different molar mass«, Russian-German Conference, Moskau, 01.-06.10.2001
- *T. Schimmel*
»Polymeric Carbobetaines«, Annual Retreat, EPFL, Lausanne, 28.06.2001
- *J. Thome, A. Holländer*
»Bildung irregulärer Strukturen bei der Postplasma-Pfropfpolymerisation auf PE« VIII. Erfahrungsaustausch, Mühlleithen, 13.-15.03.2001
- *M. Voges, M. Brück, J. Gensrich, H.P. Fink*
»Das Carbacellverfahren — eine umweltfreundliche Alternative zum Viskoseverfahren«, Zellcheming Hauptversammlung, Cellulosechemiker-Rundgespräch, Baden-Baden, 25.-28.06.2001
- *W. Vorweg*
»Modifizierung der Stärke — Eigenschaften und Anwendung von Stärkeethern«, DGfH-Fachausschusses Holzchemie, Golm, 27.09.01
- *W. Vorweg, S. Radosta*
»Molecular characterization of starch polysaccharides«, Starch Round Table, Charlotte, NC, 11.-13.10.01
- *T. Wagner, W. Wagenknecht, F. Loth*
»Derivatisierung von Cellulose im NMMNO-Lösungssystem«, Zellcheming-Hauptjahrestagung, Rundgespräch der Cellulosechemiker, Baden-Baden, 26.-28.06.2001
- *A. Wedel, S. Janietz*
»Polymer Materials for Display Technology«, Polytronic, Potsdam, 01.10.2001
- *A. Wedel*
»Polymere als Basis für die Elektronik der Zukunft«, Euroforum Konferenz, Düsseldorf, Oktober 2001

Poster

- *M. Arotçaréna, B. Heise, S. Ishaya, A. Laschewsky*
»Inside-out Switching the of Nanostructures of Thermoresponsive Block-copolymers in Water, Made by the RAFT Process«, Chemical Nanotechnology Talks II, Frankfurt a.M., 08.-09.10.2001
- *J.-F. Baussard, J.-L. Habib-Jiwan, A. Laschewsky*
»Free Radical Polymerization with Reversible Addition-Fragmentation Chain Transfer (RAFT) of Styrenes and Acrylates Using Benzyl Dithiobenzoate«, Bayreuther Polymer & Materials Symposium, Bayreuth, 16.-18.09.2001
- *I. Bechthold, J. Lang, G. Rafler*
»Preparation of Poly-L-lactide: Contributions to Process Optimization«, 5. Österreichische Polymertage, Leoben, 12.-14.09.2001
- *J. Bohrisch, W. Vorwerg, S. Radosta, J. Borghuis, J. Dijksterhuis*
»Dispersions of Hydrophobic Starch«, Biopolymer Meeting, Cambridge, MA, 15.-16.10.2001
- *N. I. Boiko, A. Y. Bobrovsky, A. A. Pakhomov, S. A. Ponomarenko, V. P. Shibaev*
»Photoorientational Phenomena in Carbosilane Dendrimers of Different Generations with Azobenzene Terminal Groups«, XX International Conference on Photochemistry, Moscow, Juli 2001
- *S. Bruzzano, N. Sieverling, C. Wieland, W. Jaeger*
»Synthesis, Characterization and Application of Asymmetric Starch Initiators«, Biopolymer Meeting, Cambridge, MA, 15.-16.10.2001
- *A. Büchtemann, G. Engelmann*
»Infrared-spectroscopic study on the formation of polyimide-layers for sensors«, 14th European Symposium on Polymer Spectroscopy, Dresden, 02.-05.09.2001
- *A. Büchtemann, G. Engelmann*
»Infrared-spectroscopic study on the formation of polyimide layers for sensors«, 14th Europ. Symp. Polymer Spectroscopy, Dresden, 02.-05.09.2001
- *V. Cozan, D. Janietz, T. Frese, J. H. Wendorff*
»Novel Donor-Acceptor Compounds Comprising Disc-Shaped and Rod-Like Functional Sub-Units«, 6th European Conference on Liquid Crystals, Halle, 25.-30.03.2001
- *G. Engelmann, E. Bonatz, I. Bechthold, G. Rafler*
»Darstellung von Stärke-Carbamaten in Reaktoren mit unterschiedlicher Durchmischung«, 7. Symp. Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie, Dresden, 20.-22.03.2001
- *C. v. Ferber, H. Löwen, A. F. Thünemann, W. Jaeger*
»Struktur von Polyelektrolyt-Tensid- Modell-komplexen«, DFG/DECHEMA-Workshop, Frankfurt/M, 16.05.2001
- *H.-P. Fink, P. Weigel*
»Neue Materialien aus Cellulose«, 7. Symp. Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie, Dresden, 20.-22.03.2001
- *L. M. Goldenberg, J. Wagner, J. Stumpe, B.-R. Paulke, E. Görnitz*
»Ordered Array of large Latex Partikles organized by Vertical Deposition«, European Conf. on Organized Films, Leece, September 2001
- *T. Grüning, G. Wunderlich, C. Tiepolt, W.-G. Franke, A. Lieske, B.-R. Paulke*
»Tc-labelled model drug carriers — labeling and organ distribution in rats«, 48th Annual Meeting of the Society of Nuclear Medicine, Toronto, 23.-27.06.2001
- *A. Holländer*
»Super-hydrophilic coating on polypropylene. The vertical structure of plasmopolymers«, 15th International Symposium on Plasma Chemistry, Orléans, 09.-13.07.2001
- *D. Janietz, D. Goldmann, A. Nordsieck, C. Schmidt, J. H. Wendorff*
»Non-Anisometric Mesogens Based on a Heterocyclic 1,3,5-Triazine Nucleus«, Gordon Research Conference Liquid Crystals, Colby-Sawyer Collage, New London NH, 24.-29.06.2001
- *S. Janietz, A. Wedel*
»Einfluss der Orientierung von 2'-ethylhexyloxy-substituierten Poly(2,5-phenylen-1,3,4- heterodiazol) Schichten auf die elektrischen Eigenschaften«, DFG-Kolloquium, Bochum, Oktober 2001
- *M. Jobmann, R. Nastke, G. Rafler*
»Microencapsulated Additives for Technical Applications«, International Symposium on Microencapsulation, Angers, 05.-07.09.2001
- *P. Karageorgiev, B. Stiller, J. Stumpe, O. Kulikovska, L. Brehmer*
»Photoprocesses of organic films in nanometer scale«, European Conference 2001, Potsdam, November 2001
- *A. Kotzev, A. Laschewsky*
»Multicompartment Polymeric Micelles using Fluorocarbon and Hydrocarbon Hydrophobic Moieties«, Bayreuther Polymer & Materials Symposium, Bayreuth, 16.-18.09.2001
- *C. Kozłowski, W. Jaeger*
»Synthese und Charakterisierung von neuartigen ionischen Blockcopolymeren«, DFG-Schwerpunkttreffen, Berlin, 13.-14.09.2001
- *S. Kröpke, A. Holländer*
»Characterization of the atmospheric pressure glow discharge«, 15th International Symposium on Plasma Chemistry, Orlean, 09.-13.07.2001
- *H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, B. Fischer*
»New deep red emitting polymer materials«, International Conference ICEL, Los Angeles, 03.09.2001
- *H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, B. Fischer*
»New deep red emitting polymer materials«, European Conference ECOER, Potsdam, 01.10.2001
- *O. Kulikovska, K. G.-Hubmann, J. Stumpe*
»Light-induced Modifications of Polymer Surfaces«, Europolymer Congress 2001, Eindhoven, Juli 2001
- *O. Kulikovska, K. G.-Hubmann, J. Stumpe*
»Light-induced Surface Deformations in Azobenzene Functionalized Polymers«, XX International Conference on Photochemistry, Moskau, Juli 2001
- *O. Kulikovska and J. Stumpe*
»Holographic Surface Relief Gratings in Azobenzene Functionalized Polymers«, Photonik-Symposium der VW-Stiftung, Baden bei Wien, September 2001
- *O. Kulikovska, K. G.-Hubmann, J. Stumpe*
»From Light-Induced Orientation to Surface Deformation in Azobenzene Containing Polymers«, 10th Internat. Conf. on Unconventional Photoactive Systems 2001, Les Diablerets, September 2001
- *O. Kulikovska, K. G.-Hubmann, J. Stumpe*
»Surface Relief Gratings In Azobenzene Containing Polymers«, 9th Int. Topical Meeting, Sorrento, Oktober 2001

- *F. Loth, D. Falkenhagen*
»Preparation and Characterization of Cellulose Microspheres for Biomedical Applications«, USM-JIRCAS Joint International Symposium, Penang, 20.-22.03.2001
- *R. Nastke*
»The Challenge of Microencapsulated Solids«, TTT Micro- and Bioencapsulation, Nantes, 14.-17.03.2001
- *S. Nespurek, J. Stumpe, B. Sapich, Y. Kaminorz, A. Kadashchuk*
»Photo-induced Modifications of Poly[methyl(phenyl)silandiyl] Films for Photoalignment and Polarized Light-emitting Diodes«, European Conference on Organic Electronics 2001, Potsdam, November 2001
- *A. Nordsieck, D. Janietz, T. Frese, J. H. Wendorff*
»Triple Hydrogen Bonded Supramolecular Mesogens«, 6th European Conference on Liquid Crystals, Halle, 25.-30.03.2001
- *M. Pinnow, H.-P. Fink, M. Schlawne*
»Man-made cellulose fibres — SEM-investigation by cryo-transfer technique«, Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie, Innsbruck, 09.-14.09.2001
- *S. Radosta, W. Vorweg*
»Molekulare Eigenschaften modifizierter Stärken«, 7. Symposium 2001, Dresden
- *S. Radosta, W. Vorweg, M. Haberer*
»Molecular Composition of Starch Polysaccharides«, Workshop, Nantes, 25.-27.06.2001,
- *A. Richter*
»Deacetylierung und Sulfatierung von Celluloseacetaten«, Symposium des VCI, FU Berlin, 07.11.2001
- *R. Rosenhauer, M. V. Kozlovsky, J. Stumpe*
»Photo-induced Anisotropy in Spin-coated Films of Chiral Smectic Polymers«, 6th European Conf. on Liquid Crystals, Halle, März 2001
- *R. Rosenhauer, J. Stumpe, M. Pinol, J. L. Serrano*
»Cooperative Orientation of Dyes in Photochromic LC-Polymers«, Europolymer Congress 2001, Eindhoven, Juli 2001
- *R. Rosenhauer, J. Stumpe, M. Pinol, J. L. Serrano, D. Broer*
»Photoorientation and Alignment of Dyes in LC Polymers«, Internat. Conf., Les Diablerets, September 2001.
- *D. Ruppelt, B.-R. Paulke, A. Lieske, E. Görnitz, L. Dähne*
»Colloidal crystals based on temperature-responsive core shell latex particles«, Chemical Nanotechnology Talks II, Frankfurt/M., 08.-09.10.2001
- *M. Ruthloh, C. C. Jung, R. Rosenhauer, J. Stumpe*
»Comparison of Photo-induced Anisotropy in Different LC Polymers using Waveguide- and UV/Vis Spectroscopy«, European Conf., Halle, März 2001
- *T. Schimmel, J. Bohrisch, W. Jaeger*
»Aggregation Behavior of Synthetic Polycarboxybetaines«, 7. Bayreuther Polymersymposium, 16.-18.09.2001
- *T. Schimmel, J. Bohrisch, W. Jaeger*
»Synthese und Aggregationsverhalten polymerer Carboxybetaine«, DFG-Schwerpunkt-treffen, Berlin, 13.-14.09.2001
- *S. Schwarz, J. Nagel, A. Janke, K.-J. Eichhorn, W. Jaeger, R. Zentel*
»Studies on the Multilayer Build-Up of Polyelectrolytes with different Molar Mass«, 8th Dresden Polymer Discussion, Meißen, 23.-26.04.2001
- *S. Schwarz, J. Nagel, A. Janke, K.-J. Eichhorn, W. Jaeger*
»Electrostatic self-assembled nanoarchitectures with polyelectrolytes of different molar mass«, Symposium, Pittsburgh, PA, 10.-13.06.2001
- *S. Schwarz, H.-M. Buchhammer, K. Lunkwitz, W. Jaeger*
»Stability of colloidal silica«, Symposium, Pittsburgh PA, 10.-13.06.2001
- *S. Schwarz, H.-M. Buchhammer, G. Petzold, K. Lunkwitz, W. Jaeger, E. Killmann*
»Stability of colloidal silica«, Russian-German Conference, Moskau, 01.-06.10.2001
- *V. Strehmel, J. Stumpe, S. Reiß, M. Gunia, H. Krumm, M. Wühn, C. Wöll, B. Stiller, G. Müller, B. Strehmel, A. M. Sarkers, D. C. Neckers*
»Surface Structures of Photoalignment Layers«, 6th European Conf. on Liquid Crystals, Halle, März 2001
- *J. Stumpe, C. C. Jung, M. Rutloh, R. Rosenhauer*
»Photo-induced Three-Dimensional Structure of Amorphous and LC Polymer Films«, 9th Int. Topical Meeting, Sorrento, Oktober 2001
- *A. F. Thünemann, D. Ruppelt, W. Jaeger, A. Laschewsky*
»Nanostructured Polyelectrolyte-Surfactant Complexes«, Chemical Nanotechnology Talks II, Frankfurt/M., 08.-09.10.2001
- *B. Volkert, F. Loth, A. Hild, W. Koch, W. Lazik, D. Prinz*
»Hochsubstituierte Carboxymethylstärke«, Symposium, Dresden, 20.-22.03.2001
- *J. Wagner, L. Goldenberg, J. Stumpe, B.-R. Paulke, E. Görnitz*
»Hydroxyl group-terminated core-shell latex particles for array fabrication«, Chemical Nanotechnology Talks II, Dechema Frankfurt, 08.-09.10.2001
- *Wang, S. Nespurek, J. Pospisil, Y. Kaminorz, J. Stumpe, B. Sapich*
»Polarized Light Emission From LED Based on Poly[methyl(phenyl)silandiyl]«, European Conference, Potsdam, November 2001
- *M. Wegener, W. Wirges, W. Künstler, R. Gerhard-Mulhaupt, B. Elling, M. Pinnow, R. Danz*
»Coating of porous polytetrafluoroethylene films with other polymers for electret applications«, IEEE Conf. CEIDP, Kitchener, Ontario, 14.-17.10.2001
- *O. Yaroshchuk, Y. Zakrevskyy, T. Sargan, J. Kelly, J. Stumpe*
»Photo-induced Spatial Order in Azopolymer Films«, European Symposium ESOPS 14, Dresden, September 2001
- *O. Yaroshchuk, T. Sargan, Y. Zakrevskyy, J. Kelly, J. Stumpe, J. Lindau, L.-C. Chien*
»Photo-induced Spatial Orientational Order in Films of LC and Amorphous Azobenzene containing Polymers«, XIV Conf. on Liquid Crystals, Zakopane, September 2001
- *O. Yaroshchuk, Y. Zakrevskyy, J. Kelly, J. Stumpe, J. Lindau, L.-C. Chien*
»Photo-induced Spatial Orientational Order in LC and Amorphous Polymer Films«, 9th Int. Topical Meeting, Sorrento, Oktober 2001

Patente

Patentanmeldungen

- *B. Bauer, G. Rafler, H.-H. Ulrich*
»Sulfonierte Polyethersulfone, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung«
AZ 101 49 034.8
- *B. Bauer, G. Rafler, H.-H. Ulrich*
»Verfahren zur Sulfonierung von aromatischen Polymeren, Polyelektrolyte sowie deren Verwendung«
AZ 101 49 035.6
- *E. Bonatz, F. Börner, G. Rafler*
»Aus der Schmelze verarbeitbares Aminoharz auf der Basis von 1,3,5-Triazin und Aldehyden«
AZ 100 56 398.8
- *S. Bruzzano, N. Sieverling, W. Jaeger*
»Verfahren zur Herstellung von Pfropfcopolymeren aus Stärke, tert.-Alkylazocyanocarbonylsäureester sowie Pfropfcopolymere und deren Verwendung«
AZ 101 34 560.7
- *R. Danz, B. Elling*
»Physikalisch aktive Pflaster, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihrer Anwendung«
AZ 101 36 402.4
- *R. Danz, A. Büchtemann, B. Elling*
»Elektrisch aktive Pflaster, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihrer Anwendung«
AZ: 101 36 403.2
- *G. Engelmann, E. Bonatz, I. Bechthold, G. Rafler*
»Hydrophobe Stärkecarbamate und Verfahren zu ihrer Herstellung«
AZ 101 29 312.7
- *U. Gohlke, S. Stegmann, M. Hahn*
»Verfahren zur Abtrennung von chelatbildenden Polysäurekomplexbildnern aus Wässern«
AZ 101 59 792.4
- *M. Hahn, W. Jaeger, R. Staeck, H. Korth, A. Scordialo*
»Verzweigte wasserlösliche Blockcopolymer«
AZ 101 16 430.0
- *H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, B. Fischer, J. Wahl*
»Polymerfarbstoff und Verfahren zu dessen Herstellung sowie deren Verwendung in Leuchtdioden und anderen optischen Bauelementen, Patentanmeldung«
AZ 101 41 866.3

- *F. Loth*
»Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamaten«
AZ 101 62 791.2
- *G. Rafler, J. Lang, I. Bechthold, M. Jobmann*
»Verfahren zur Herstellung von Homo- und Copolyestern der Milchsäure«,
AZ 101 13 302.2
- *A. F. Thünemann, S. General*
»Pharmakologische Zubereitung aus einem nanopartikelären mesomorphen Polyelektrolyt-Lipid-Komplex und mindestens einem Wirkstoff«
AZ 101 32 669.6
- *A. Wedel, S. Janietz, G. Grützner, S. Herrendorf, R. Ruhmann, T. Trenkler*
»Organisches optoelektronisches Bauelement, Patentanmeldung«
AZ 101 03 022.3

Erteilte Patente

- *J. Behnisch, A. Holländer*
»Method for Plasma Treatment in Hollow Bodies«,
US 6,171,450 B1
- *J. Behnisch, L. Müller, H. Blum, A. Holländer, U. Heim*
»Verfahren zum dauerhaften Verbinden von Polymerbauteilen mit Bauteilen aus gleichartigem oder andersartigem Material«
DE 100 04 853 C1
- *J. Behnisch, L. Müller, H. Blum, A. Holländer, U. Heim*
»Method for Durable Joining of Polymer Components«
WO 01/57119 A1
- *R. Danz, B. Elling, A. Büchtemann*
»Photobiologisch aktive Beschichtungsmasse und ihre Verwendung«
DE 199 35 179 A1
- *R. Danz, B. Elling*
»Solarzellen-Sensoren, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Anwendung«
DE 199 35 180 A1
- *U. Gohlke, S. Stegmann*
»Verfahren zur Schwermetallabtrennung«
DE 198 29 827 C2
- *U. Gohlke, S. Stegmann*
»Verfahren zur Abtrennung von Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) aus wäßrigen Lösungen«
DE 198 30 165 C2
- *F. Loth, H. Lang, H. Schleicher*
»Verfahren zur Herstellung von wasserlöslichem Cellulosecarbamaten«
EP 1078 933 A1
- *F. Loth, H. Lang, H. Schleicher*
»Verfahren zur Herstellung von wasserlöslichem Cellulosecarbamaten«
DE 199 40 393 C1
- *R. Nastke, G. Rafler*
»Mit einem Aminoplast mikroverkapselte Feststoffe und Verfahren zu deren Herstellung«
DE 100 49 777
- *H. Schleicher, J. Kunze, F. Loth, H. Lang*
»Verfahren zur Verringerung des Ordnungsgrades von Cellulose«
DE 100 19 628 A1
- *B. Volkert, F. Loth, W. Lazik, W. Koch, A. Hild*
»Verfahren zur Herstellung von hochsubstituierter Carboxymethylstärke«
DE 100 33 197
- *G. Weidel, J. Gensrich*
»Spindüsenvorrichtung einer Naßspinnvorrichtung«
EP 1092 792 A1
- *A. Wedel, S. Janietz, R. Geigenfeind*
»Transparent Organic Electroluminescent Systems«
WO 01/29908 A1
- *A. Wedel, S. Janietz, R. Geigenfeind*
»Transparente organische Elektrolumineszenzanordnungen«
DE 199 50 782 A1
- *G. Weidel, J. Gensrich*
»Spindüsenvorrichtung einer Naßspinnvorrichtung«
DE 199 49 399 A1
- *P. Weigel, H.-P. Fink, M. Doss, S. Beckers, R. H. Hendrikx*
»Turbular Films Formed from Cellulose/Protein Blend«
WO 01/45917 A1
- *P. Weigel, H.-P. Fink, M. Doss, S. Beckers, R. H. Hendrikx*
»Schlauchfolien aus Cellulose-Protein-Blends«
DE 199 61 843 A1

Impressum

Anschrift der Redaktion

Fraunhofer IAP
Presse- und Öffentlichkeitsarbeit
Geiselbergstr. 69
14476 Golm
Telefon: +49 (0) 331 / 56 8-11 51
Fax: +49 (0) 331 / 56 8-25 51
E-Mail: info@iap.fraunhofer.de
Internet: www.iap.fraunhofer.de

Redaktion

Susanne Langer

Satz/Gestaltung

Mediendesign Kai Royer

Digital Composing

Mediendesign Kai Royer

Tabellen und Grafiken

Jan Dobeš

Belichtung und Druck

Druckhaus Berlin-Mitte GmbH

Bildverzeichnis

- S. 8 Technikum des Fraunhofer IAP, H.G. Esch
- S. 12 Pilotanlage zur Herstellung von Cellulosewursthüllen, Bernhard Schurian, Fraunhofer IAP
- S. 14 Kunststoff-Compoundierung im Technikum, Michael Utech
- S. 14 Gebäudebrand, Firma Stoebich GmbH
- S. 14 Ölgefüllte Kapseln im Lichtmikroskop, Fraunhofer IAP
- S. 15 Polymersynthese im wässrigen Medium, Bernhard Schurian
- S. 15 Polymere Tenside: Vermittler zwischen Wasser und fetthaltigen Substanzen, Kai Royer
- S. 15 Sichtkontrolle in der Papierproduktion, Verein Deutscher Papierfabriken, e.V.
- S. 16 Probenpräparation, Bernhard Schurian
- S. 16 Röntgendiffraktometer, Bernhard Schurian
- S. 16 Mechanische Prüfung im akkreditierten Prüflabor, Bernhard Schurian
- S. 17 Explosionsgeschützter Reaktor für Celluloseverarbeitung, Michael Utech
- S. 17 Diffraktion an Oberflächenreliefigittern, Bernhard Schurian
- S. 17 Pilotanlage zur Herstellung von Cellulosewursthüllen, Fraunhofer IAP
- S. 18 Kuratorium der Fraunhofer IAP, Martin Wähler

- S. 21 Mikroelektronik, Fraunhofer-Gesellschaft
- S. 21 Automatisierung im Werkzeugbau, Fraunhofer-Gesellschaft
- S. 21 Innovative Schichten, Fraunhofer-Gesellschaft
- S. 22 Keimzelle im Lichtmikroskop, Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie
- S. 24 Biochip, Deutsches Humangenomforschungsprojekt
- S. 25 Fluoreszenzmarker auf einem Biochip, Fraunhofer-Gesellschaft
- S. 25 Vitamine und Aromastoffe in Früchten, Kai Royer
- S. 25 Mikroverkapselte Aromastoffe, Fraunhofer IAP
- S. 26 Hohlfaser, Fraunhofer IAP
- S. 26 Pflanzenzellen im Hanfstängel, Fraunhofer IAP
- S. 27 Keimzelle, Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie
- S. 27 Präparation von Kolloiden, Bernhard Schurian
- S. 27 Durch Rhodamin gefüllte Latexteilchen markieren Nervenzellen im Mäusehirn, Fraunhofer IAP
- S. 28 Reispflanze, Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie
- S. 30 Cellulosequelle Holz, Kai Royer
- S. 31 Cellulosefasern, Bernhard Schurian
- S. 31 Waschen und Trocknen von Cellulosewursthüllen, Fraunhofer IAP
- S. 31 Zerreißproben an Celluloseblasfolien im akkreditierten Prüflabor, Bernhard Schurian
- S. 32 Kartoffelpflanze, Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie
- S. 32 Stärkekörner im Lichtmikroskop, Fraunhofer IAP
- S. 33 Hochviskose Lösung aus modifizierter Stärke, Bernhard Schurian
- S. 33 Folien aus modifizierter Stärke, Bernhard Schurian
- S. 44 Blitzentladung, Kai Royer
- S. 46 Laseranregung eines Polymermaterials, Michael Utech
- S. 47 Lichteinkopplung durch Oberflächenreliefigitter, Bernhard Schurian
- S. 47 Polymere Lichtwandler, Bernhard Schurian
- S. 47 Leuchtdisplays auf organischer Basis, Optrex Europe GmbH
- S. 48 Licht als Werkzeug — Laserstählen mikrostrukturieren Polymerfilme, Bernhard Schurian
- S. 49 Wasserabweisende Oberfläche, Fraunhofer-Themenverbund POLO
- S. 49 Mikrojet zur Gasphasenabscheidung, Fraunhofer IAP
- S. 19 Kratzfeste Beschichtung, Fraunhofer-Themenverbund POLO
- S. 58 Flammen, Kai Royer
- S. 61 Gebäudebrand, Firma Stoebich GmbH
- S. 61 Knetter, Bernhard Schurian
- S. 61 Kunststoffoptimierung im Technikum, Michael Utech
- S. 63 Aminoharzkapseln mit festen und flüssigen Inhaltsstoffen, Bernhard Schurian
- S. 63 Mikropartikel aus Dextrancarbamatoat, Fraunhofer IAP
- S. 63 Aminosäure, verkapselt in Eudragit® Fraunhofer IAP
- S. 70 Schaumkrone auf Wasser, Kai Royer
- S. 72 Kläranlage einer Papierfabrik, Verband Deutscher Papierfabriken, e.V.
- S. 73 Moderne Papierproduktion, Verband Deutscher Papierfabriken, e.V.
- S. 73 Polymere Tenside lösen Lipide in Wasser, Kai Royer
- S. 73 Automatischer Reaktor Labmax, Fraunhofer IAP
- S. 87 Ausstellung Schaufenster der Wissenschaft, Kai Royer
- S. 87 Institutsführung im Fraunhofer IAP, Martin Wähler, Josef Bergstein
- S. 88 Fluoreszierende Polymerkörper, Bernhard Schurian
- S. 88 Kolloidale Kristallblümchen, Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung
- S. 89 Modellpflanze Arabidopsis, Max-Planck-Institut für Molekulare Pflanzenphysiologie
- S. 89 Kollidierende Neutronensterne, Max-Planck-Institut für Gravitationsforschung
- S. 90 Messestand Naro-Tech, Fraunhofer IAP
- S. 90 Materialica 2001, Fraunhofer IAP
- S. 91 Materials Experience, Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile
- S. 92 Promotionsfeier im Fraunhofer IAP, privat
- S. 92 Dr. Ulrich Drechsler, privat
- S. 92 Dr. Beate Sapich, privat
- S. 92 Dr. Stefano Bruzzano, Nathalie Sieverling und Christoph Wieland, privat

© Fraunhofer IAP, Golm 2002

