

Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP
Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research IAP

pioneers in polymers

Wechsel in der Institutsleitung *Change of Leadership*

Der Senat der Fraunhofer-Gesellschaft hat auf seiner Sitzung in Erlangen am 25. April 2006 Dr. Ulrich Buller zum Vorstand für Forschungsplanung gewählt. »Dieses Vorstandsressort wurde neu geschaffen, um der Forschung ein stärkeres Gewicht im Vorstand zu geben,« begründet Fraunhofer-Präsident Prof. Hans-Jörg Bullinger die organisatorischen Veränderungen. Zum Aufgabengebiet des neuen Forschungsvorstands gehören die Forschungsplanung sowie die Budgetplanung, die Unterstützung von Ausgründungen und die Betreuung der Europa-Aktivitäten. Ulrich Buller verlässt das Fraunhofer IAP, das er seit 1. Juni 1997 geleitet hat und tritt sein Amt in München genau 9 Jahre später, am 1. Juni 2006, an.

Der Vorstand der Fraunhofer-Gesellschaft hat am 15. Mai 2006 Dr. habil. Hans-Peter Fink zum kommissarischen Leiter des Fraunhofer IAP ab 1. Juni 2006 bestellt. Dr. Fink ist seit Gründung des Fraunhofer-Institutes in leitenden Positionen tätig, seit dem Jahr 2000 als Leiter des Forschungsbereichs Native Polymere. Im Mittelpunkt seiner fachlichen Arbeit stehen Non-Food Produkte aus nachwachsenden Rohstoffen, dabei insbesondere neue Cellulosematerialien.

At a meeting on April 25, 2006 in Erlangen, the Senate of the Fraunhofer-Gesellschaft elected Dr. Ulrich Buller to the Executive Board with special responsibility for Research Planning. »This Executive Board department has been newly created to give greater weight to research on the Executive Board,« said Fraunhofer President, Prof. Hans-Jörg Bullinger, explaining the organizational changes. The remit of the new Research Planning Department will cover research and budget planning, assistance with spin-offs and support for European activities. Ulrich Buller is leaving the Fraunhofer IAP, which he has led since June 1, 1997, and will take up his new appointment in Munich exactly nine years later on June 1, 2006.

On May 15, 2006, the Executive Board of the Fraunhofer-Gesellschaft appointed Dr. Hans-Peter Fink as Acting Director of the Fraunhofer IAP with effect from June 1, 2006. Dr. Fink has held leading positions at this Fraunhofer institute since its inception and has been Head of the Natural Polymers Research Division since 2000. In his research work, he focuses on non-food products from renewable resources, especially new cellulose materials.



Perspektiven für Zukunftsmärkte – 12 Technologiefelder für marktrelevante Innovationen

Die Fraunhofer-Gesellschaft mit ihren 60 Fraunhofer-Instituten betreibt angewandte Forschung. Dies ist die Kernaufgabe der Fraunhofer-Gesellschaft. Mit ihrem Forschungspotential kann sie kleinen und mittleren Unternehmen eine Forschungsinfrastruktur anbieten. Im Rahmen der Auftragsforschung für die Wirtschaft unterstützt sie ihre Kunden bei der immer schneller werdenden Produktentwicklung. Die zahlreichen jungen Wissenschaftler, die nach einigen Jahren aus der Fraunhofer-Gesellschaft in die Wirtschaft wechseln, bringen ihre neuen Ideen in die unternehmerische Forschungspraxis ein. Nicht zuletzt werden in den Fraunhofer-Instituten laufend neue Technologiefelder durch angewandte Forschung skizziert und ange- arbeitet.

Es ist nur zu selbstverständlich, dass in der Fraunhofer-Gesellschaft mit ihren 12.500 Mitarbeitern zahlreiche neue Ideen für potentielle Technologiefelder entstehen. Und natürlich entstehen weltweit in den Köpfen kreativer Menschen Ideen für neue Produkte, neue Technologien und damit auch für neue Technologietrends. Um dennoch diesen fast schon unüberschaubaren Trends ein Gesicht zu geben, hat sich die Fraunhofer-Gesellschaft entschlossen, durch den Vergleich von nationalen und internationalen Forschungstrends und durch genaue Betrachtung der eigenen Kompetenzen und Stärken 12 Technologiefelder zu benennen, von denen die Fraunhofer-Gesellschaft im besonderen Maße marktrelevante Innovationen erwartet und die sie auch durch eigene FuE-Anstrengungen voranbringen kann. Diese 12 Themen, diese 12 Perspektiven für Zukunftsmärkte sind: Internet der Dinge; Intelligente Produkte und Umgebungen; Mikroenergietechnik; Adaptronik; Simulierte Realität: Werkstoffe, Produkte und Prozesse; Mensch-Maschine-Interaktion; Grid Computing;

Integrierte Leichtbausysteme; Industrielle weiße Biotechnologie; Tailored Light; Polytronik; Security.

Für das Fraunhofer IAP sind die beiden Innovationsthemen »Industrielle weiße Biotechnologie« und »Polytronik« von besonderer Bedeutung. Aber auch für andere Themen ist die Kompetenz des Fraunhofer IAP gefragt, so beispielsweise »Organische Feldeffekttransistoren – OFETs« für neue RFID-Techniken für »Intelligente Produkte und Umgebungen«, neue Kompositwerkstoffe für »Integrierte Leichtbausysteme« oder auch polymerbasierte Biochips für »Sicherheits-technologien«.

Der gerade im Jahr 2005 dramatische Anstieg des Ölpreises hat die Diskussion für eine neue industrielle weiße Biotechnologie wieder beflügelt. Neue Wege zu Chemierohstoffen zu finden, bedeutet zuerst in Forschung und Entwicklung zu investieren. Im Fraunhofer IAP haben Ausgangsstoffe wie Cellulose, Stärke oder auch Milchsäure das Interesse unserer Kunden für Auftragsforschung gefunden. Diese Renaissance hat mit dazu beigetragen, dass das Jahr 2005 wiederum ein sehr erfolgreiches Jahr war.

Einen weiteren Erfolg konnten wir im Juni 2005 feiern. Wir konnten das Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymer-synthese und –verarbeitung – PAZ in Schkopau bei Halle eröffnen. In den vergangenen Monaten hat das Team in Schkopau mit großem Engagement und großem Einsatz die Inbetriebnahme dieser komplexen Anlage vorange- trieben. Seit dem 1. April 2006 hat auch der wissenschaftliche Direktor des PAZ, Herr Prof. Dr. Michael Bartke, seine Arbeit aufgenommen. Damit ist die enge Verzahnung mit der Martin-Luther-Uni- versität Halle-Wittenberg noch weiter verstärkt worden.

Auch in Potsdam-Golm konnte die Zu- sammenarbeit mit der Universität Pots-

dam intensiviert und verbreitert werden. Neben Herrn Prof. Laschewsky, der über seinen Lehrstuhl für Angewandte Polymerchemie die Kooperation Fraun- hofer IAP – Universität Potsdam prägt, wird die Zusammenarbeit auch durch weitere Lehraufträge vertieft. Darüber hinaus hat das Fraunhofer IAP eine Ko- operation mit der Technischen Univer- sität Bergakademie Freiberg aufge- nommen. Auch in diesem Fall nimmt ein Mitarbeiter des Fraunhofer IAP den Lehrauftrag wahr.

Zwei Bauaktivitäten in direkter Nachbar- schaft zum Fraunhofer IAP lassen den Campus Golm weiter wachsen. Noch im Jahr 2006 werden das Fraunhofer- Institut für Biomedizinische Technik mit dem Institutsteil Potsdam-Golm und das Technologie- und Gründerzentrum GO:IN ihre Arbeit aufnehmen. Von die- ser Stelle aus beiden Nachbarn ein herz- liches Willkommen.

Rückblickend war das Jahr 2005 wieder dynamisch und erfolgreich. Das Fraun- hofer IAP hat in finanzieller Hinsicht das Jahr 2005 positiv beendet. Wir haben gerne auch für unsere Kunden diesen Erfolg gehabt. Ein herzliches Dankeschön allen, die an diesem Erfolg beteiligt wa- ren. Unseren Kunden danken wir für das Vertrauen, das sie uns entgegenge- bracht haben. Ein besonderer Dank gilt natürlich allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Fraunhofer IAP. Sie ha- ben diesen Erfolg vor allem ermöglicht.



Dr. Ulrich Buller

Leiter des Fraunhofer IAP
bis 31. Mai 2006



Dr. habil. Hans-Peter Fink

Kommissarischer Leiter des Fraunhofer IAP
ab 1. Juni 2006

Signposts to tomorrow's markets – 12 technology areas for market-relevant innovations

The Fraunhofer-Gesellschaft (Fraunhofer Society) with its 60 Fraunhofer institutes undertakes applied research. This is the core activity of the Fraunhofer-Gesellschaft. With its research potential, it can offer a research infrastructure to small and medium-sized companies. In carrying out contract research for industry, it supports its customers in product development at time when ever faster transformation into marketable products is required. The many young scientists who move to industry after some years with the Fraunhofer-Gesellschaft infuse the world of entrepreneurial research with their new ideas. Finally, the Fraunhofer institutes are continually pioneering new technologies through applied research.

It is only natural that at the Fraunhofer-Gesellschaft, with its 12,500 staff, there is an abundant flow of new ideas for potential technologies. And, of course, all over the world, ideas for new products, new technologies and therefore new technology trends are constantly arising in the heads of creative people. To give a face to this almost unfathomable mass of trends, the Fraunhofer-Gesellschaft has decided, by comparing national and international research trends and examining its own competencies and strengths, to identify 12 technology areas, from which it particularly expects market-relevant innovations and which it can help to advance through its own R&D efforts. These 12 areas or signposts to tomorrow's markets are: the internet of things; smart products and environments: micropower engineering; adaptronics; simulated reality; materials, products and processes; human-machine interaction; grid computing; integrated lightweight construction systems; white biotechnology; tailored light, polytronics; and security.

For the Fraunhofer IAP (Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research), the innovative areas of »white biotechnology« and »polytronics« are of particular importance. But the expertise of the Fraunhofer IAP is also required for other technology areas, e.g. organic field effect transistors (OFETs) used in new RFID technologies for »intelligent products and environments«, new composites for »integrated lightweight construction systems«, and polymer-based biochips for »security technologies«.

The dramatic rise in oil prices in 2005 has focused attention on the new, white biotechnology. Finding new routes to chemical raw materials means first of all investing in research and development. At the Fraunhofer IAP, starting materials, such as cellulose, starch and lactic acid, have attracted the interest of our customers as subjects of contract research. This renaissance in turn has helped make 2005 a very successful year.

We celebrated another success in June 2005. The year saw the opening of our Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und –verarbeitung (Fraunhofer Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing) at Schkopau near Halle. Over the last few months, the team at Schkopau has shown great commitment in pressing ahead with commissioning this complex plant. On April 1, 2006, Prof. Michael Bartke took up his post as Scientific Director of the Pilot Plant Center, so strengthening the close link with the Martin Luther University of Halle-Wittenberg.

In Potsdam-Golm, too, cooperation between the Fraunhofer IAP and Potsdam University was intensified and extended. Besides Prof. Laschewsky, who holds the Chair of Applied Polymer Science at Potsdam and plays a key role in this

research alliance, cooperation is also being strengthened through other university lecturing posts. In addition, Fraunhofer IAP has started collaborating with the Technische Universität Bergakademie Freiberg (Freiberg Mining Academy University of Technology). In this case, too, an employee of the Fraunhofer IAP occupies a lecturing post there.

Two construction projects in the immediate vicinity of the Fraunhofer IAP mean further growth for the Golm campus. During 2006, the Potsdam-Golm section of the Fraunhofer-Institut für Biomedizinische Technik (Fraunhofer Institute for Biomedical Technology) and the Technologie- und Gründerzentrum GO:IN (Center for Technology and New Start-ups GO:IN) will start their work. We would like to extend a warm welcome to both our new neighbors.

Looking back, 2005 was another dynamic and successful year. The Fraunhofer IAP finished 2005 with a positive result. We are very pleased that this has also meant success for our customers. We would like to thank everyone who has contributed to this success. We would also like to thank our customers for the trust they have placed in us. Finally, of course, all the employees at the Fraunhofer IAP deserve special thanks, because it is they, above all, who have made this success possible.



Dr. Ulrich Buller

Director of the Fraunhofer IAP,
until May 31, 2006



Dr. habil. Hans-Peter Fink

Acting Director of the Fraunhofer IAP,
from June 1, 2006



Inhaltsverzeichnis

■	Das Institut	10
	Fraunhofer-Forschung 2006	12
	Kuratorium	14
	Das Institut in Zahlen	15
	Organigramm	16
	Laborausstattung	18
■	Native Polymere	22
	Cellulose- und Stärkelforschung im IAP	24
	Neue Produkte aus Hemicellulose	32
	Kationische Stärkederivate für die Papierherstellung	34
	Eigenschaften von Cellulose-triacetat in Lösung	36
	AeroCell – Präparation und Charakterisierung von Aerogelen aus Cellulosecarbamatlösungen	38
	Rieselfähige Cellulose-Spinnfasern – Ideal für neue Verbundmaterialien	40
■	Funktionale Polymersysteme	42
	Funktionale Polymersysteme	44
	Farbstoffdotierte Polymere zur effektiven Nutzung von Solarenergie	50
	Triblockcopolymere mit n- und p-halbleitenden Sequenzen für die organische Photovoltaik	52
	Oberflächen mit hoher NH ₂ -Dichte	54
	Ionische Self-Assembly Komplexe für Anwendungen in der Optik	56
	Thermochrome Duomere für den Maschinenbau	58
	Mesomorphe Blockmoleküle	60

■	Synthese- und Polymertechnik	62
	Synthese- und Polymertechnik	64
	Industrielle Weiße Biotechnologie:	
	Neue Wege zur Gewinnung von mono- und polymeren Verbindungen	70
	Nanokomposite auf Basis verschiedener Matrixpolymere	72
	Neue MF-Harzprodukte	74
■	Wasserbasierende Polymersysteme	76
	Profile von wasserbasierenden Polymersystemen	78
	Neue Hochleistungspolymere	82
	Polymersysteme für die medizinische Diagnostik	84
	Ionische Flüssigkeiten in der Polymersynthese	86
	Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science«	88
■	Pilotanlagenzentrum Schkopau	90
	Ihr Partner im Bereich der Kunststoffentwicklung	92
	Neue polymere Flockungshilfsmittel	96
	Das PAZ-Verarbeitungstechnikum	98
■	Namen, Daten, Ereignisse	
	Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile	100
	Promotionen	102
	Wissenschaftliche Zusammenarbeit	105
	Publikationen	106
	Patente	111



Contents

■ The Institute	10
Fraunhofer Research 2006	13
Board of Trustees	14
The Institute in figures	15
Organigram	16
Lab Equipment	20
■ Natural Polymers	22
Cellulose and starch research at the IAP	26
New products from hemicelluloses	33
Cationic starch derivatives for wet-end application	35
Solution properties of cellulose triacetate	37
AeroCell project – preparation and characterization of aerogels from cellulose carbamate solutions	39
Free-flowing rayon fiber pellets – Ideal for novel composites	41
■ Functional Polymer Systems	42
Functional Polymer Systems	46
Dye-doped polymers for effective use of solar energy	51
Synthesis of triblock copolymers with n- and p-semi-conducting sequences for organic photovoltaics	53
Surfaces with high NH ₂ density	55
Ionic self-assembly complexes for optical applications	57
Thermochromic thermosetting polymers for the machinery manufacturing industry	59
Mesomorphic block molecules	61

■	Synthesis and Polymer Technology	62
	Synthesis and Polymer Technology	66
	Industrial White Biotechnology:	
	New ways to produce monomers and polymers	71
	Nanocomposites based on different matrix polymers	73
	Novel MF resin products	75
■	Water-born Polymer Systems	76
	Introduction to water-born polymer systems	79
	New high-performance polymers	83
	Polymer systems for medical diagnostics	85
	Ionic liquids as novel solvents for polymer synthesis	87
	Research group »Nanotechnology for Life Science«	89
■	Pilot Plant Center Schkopau	90
	Your partner in polymer development	93
	Novel polymeric flocculants	97
	Polymer processing section at the Pilot Plant Center	99
■	Names, Dates, Events	
	Fraunhofer Materials and Components Group	101
	Doctorates	102
	Scientific Cooperation	106
	Publications	106
	Patents	111

Das Institut
The Institute



- Fraunhofer-Forschung 2006
Fraunhofer Research 2006
- Kuratorium
Board of Trustees
- Das Institut in Zahlen
The Institute in figures
- Organigramm
Organigram
- Laborausstattung
Lab Equipment



Fraunhofer-Forschung 2006

Die Fraunhofer-Gesellschaft

Die Fraunhofer-Gesellschaft betreibt anwendungsorientierte Forschung zum direkten Nutzen für Unternehmen und zum Vorteil der Gesellschaft. Vertragspartner und Auftraggeber sind Industrie- und Dienstleistungsunternehmen sowie die öffentliche Hand. 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 der Wirtschaft beitragen.

Mit technologie- und systemorientierten Innovationen für ihre Kunden tragen die Fraunhofer-Institute zur Wettbewerbsfähigkeit der Region, Deutschlands und Europas bei. Dabei zielen sie auf eine wirtschaftlich erfolgreiche, sozial gerechte und umweltverträgliche Entwicklung der Gesellschaft.

Ihren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern bietet die Fraunhofer-Gesellschaft die Möglichkeit zur fachlichen und persönlichen Entwicklung für anspruchsvolle Positionen in ihren Instituten, in anderen Bereichen der Wissenschaft, in Wirtschaft und Gesellschaft.

Die Fraunhofer-Gesellschaft betreibt derzeit mehr als 80 Forschungseinrichtungen, davon 58 Institute, an Standorten in ganz Deutschland. 12.500 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, überwiegend mit natur- oder ingenieurwissenschaftlicher Ausbildung, bearbeiten das jährliche Forschungsvolumen von über 1 Milliarde €. Davon fallen mehr als 900 Millionen € auf den Leistungsbereich Vertragsforschung. Rund zwei Drittel dieses Leistungsbereichs erwirtschaftet die Fraunhofer-Gesellschaft mit Aufträgen aus der Industrie und mit öffentlich finanzierten Forschungs-

projekten. Ein Drittel wird von Bund und Ländern beigesteuert, auch um damit den Instituten die Möglichkeit zu geben, Problemlösungen vorzubereiten, die in fünf oder zehn Jahren für Wirtschaft und Gesellschaft aktuell werden.

Niederlassungen in Europa, in den USA und in Asien sorgen für Kontakt zu den wichtigsten gegenwärtigen und zukünftigen Wissenschafts- und Wirtschaftsräumen.

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.

Namensgeber der Gesellschaft ist der als Forscher, Erfinder und Unternehmer gleichermaßen erfolgreiche Münchner Gelehrte Joseph von Fraunhofer (1787-1826).

Fraunhofer Research 2006

The Fraunhofer-Gesellschaft

The Fraunhofer-Gesellschaft undertakes applied research of direct utility to private and public enterprise and of wide benefit to society. Its services are solicited by customers and contractual partners in industry, the service sector and public administration. The organization also accepts commissions and funding from German federal and Länder ministries and government departments to participate in future-oriented research projects with the aim of finding innovative solutions to issues concerning the industrial economy and society in general.

By developing technological innovations and novel systems solutions for their customers, the Fraunhofer Institutes help to reinforce the competitive strength of the economy in their local region, and throughout Germany and Europe. Through their work, they aim to promote the successful economic development of our industrial society, with particular regard for social welfare and environmental compatibility.

As an employer, the Fraunhofer-Gesellschaft offers its staff the opportunity to develop the professional and personal skills that will allow them to take up positions of responsibility within their institute, in other scientific domains, in industry and in society.

At present, the Fraunhofer-Gesellschaft maintains more than 80 research units, including 58 Fraunhofer Institutes at locations in Germany. The majority of the 12,500 staff are qualified scientists and engineers, who work with an annual research budget of over €1 billion. Of this sum, more than €900 million is generated through contract research. Roughly two thirds of the Fraunhofer-

Gesellschaft's contract research revenue is derived from contracts with industry and from publicly financed research projects. The remaining one third is contributed by the German federal and Länder governments, partly as a means of enabling the institutes to pursue more fundamental research in areas that are likely to become relevant to industry and society in five or ten years' time.

Affiliated research centers and representative offices in Europe, the USA and Asia provide contact with the regions of greatest importance to present and future scientific progress and economic development.

The Fraunhofer-Gesellschaft was founded in 1949 and is a recognized non-profit organization. Its members include well-known companies and private patrons who help to shape the Fraunhofer-Gesellschaft's research policy and strategic development.

The organization takes its name from Joseph von Fraunhofer (1787–1826), the illustrious Munich researcher, inventor and entrepreneur.

Kuratorium *Board of Trustees*

Das Kuratorium berät und unterstützt die Organe der Fraunhofer-Gesellschaft sowie die Institutsleitung. Mitglieder des Kuratoriums in 2005 waren:

The Board of Trustees advises and supports the Fraunhofer-Gesellschaft as well as the Institute's director. The following persons were members of the Board of Trustees in 2005:

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

Herr Prof. Dr. W. Arlt,
Technologiestiftung Brandenburg,
Loxstedt

Herr Prof. Dr. G. Hinrichsen,
SciTrans – Science and Technology
Transfer GmbH, Berlin

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

Herr Dr.-Ing. Senator E.h. P. Koepff,
GELINOVA GmbH, Heidelberg

Herr Prof. G. Koßmehl,
Stellvertr. Vorsitzender des Kuratoriums,
Berlin

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

Herr Prof. Dr. J. Kurths,
Universität Potsdam, Institut für Physik

Herr Prof. Dr. G. M. Lindhauer,
Bundesforschungsanstalt für Ernährung
und Lebensmittel (BFEL), Detmold

Herr Prof. Dr. G. Marowsky,
Laser Laboratorium Göttingen e.V.,
Göttingen

Herr Prof. Dr. R. Mitzner,
Potsdam

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

Herr Dr.-Ing. Ch. Mühlhaus,
Dow Olefinverbund GmbH, Schkopau

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

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

Frau Dr. B. Reiche,
Hesco Kunststoffverarbeitung GmbH,
Luckenwalde

Frau Dr. I. Schlotzhauer,
Referat »Innovation und Technologie-
transfer«, Ministerium für Wissenschaft,
Forschung und Kultur des Landes
Brandenburg, Potsdam

Herr Prof. Dr. A.-D. Schlüter,
ETH Zürich, Materialdepartement,
Institut für Polymere, Zürich

Herr Dr.-Ing. agr. A. Schütte,
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe
(FNR), Gülzow

Herr Prof. Dr. K. P. Schulze,
ZAB – ZukunftsAgentur Brandenburg,
Potsdam

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

Das Institut in Zahlen

The Institute in figures

Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt betrug im Jahr 2005 etwa 10 Mio Euro. Gegenüber dem Vorjahr stieg er um 0,3 Mio Euro.

Ertragsstruktur

Die Wirtschaftserträge im Jahr 2005 betragen 4180 T Euro. Das entspricht 41,7% des Betriebshaushaltes. Die Erträge setzten sich wie folgt zusammen (in T Euro):

Wirtschaftserträge	4 180
Forschungsförderung DFG	14
Vertragsforschung BMVEL/FNR	542
Vertragsforschung BMBF	1 911
Vertragsforschung BMWA	288
Vertragsforschung EU	354
Sonstige Erträge	432
Grundfinanzierung	2 299

Investitionshaushalt

Das Investitionsvolumen betrug insgesamt 7,6 Mio Euro, davon wurden 6,3 Mio Euro für das Pilotanlagenzentrum in Schkopau verwendet. Etwa 1,3 Mio Euro waren normale und strategische Investitionen.

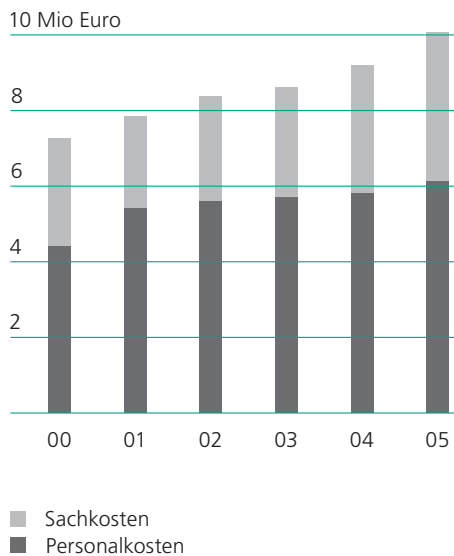
Mitarbeiterentwicklung

Ende 2005 waren im Fraunhofer IAP insgesamt 159 Personen beschäftigt.

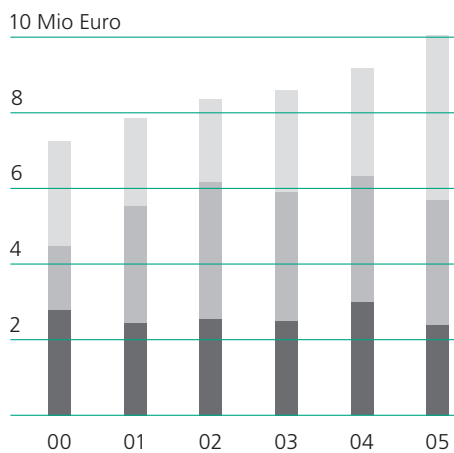
Stammpersonal	117
davon:	
Wissenschaftliche Mitarbeiter	60
Technische Mitarbeiter	48
Verwaltung	9
Nachwuchs	42
davon:	
Doktoranden	15
Auszubildende	12
Hilfskräfte	9
Praktikanten	6

Betriebshaushalt 2005 (in T Euro)

Sachkosten	3 908
Personalkosten	6 112



Betriebshaushalt 2005



Ertragsstruktur 2005

Kontakt



Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand
 Verwaltungsleiterin
 Telefon : +49(0) 331 / 5 68-11 57
 Telefax : +49(0) 331 / 5 68-30 00
 marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de

Organigramm

Organigram

Stand 22. Juni 2006
Status June 22, 2006



Dr. habil. Hans-Peter Fink
Kommissarischer Leiter
Acting director



Forschungsbereich Native Polymere
Research division natural polymers

Dr. habil. Hans-Peter Fink
Leiter des Forschungsbereiches
Division director



Forschungsbereich Funktionale Polymersysteme
Research division functional polymer systems

Dr. Armin Wedel
Leiter des Forschungsbereiches
Division director



Forschungsbereich Synthese- und Polymertechnik
Research division synthesis and polymer technology

Dr. habil. Gerald Rafler
Leiter des Forschungsbereiches
Division director



Forschungsbereich Wasserbasierende Polymersysteme
Research division water-born polymer systems

Prof. Dr. André Laschewsky
Leiter des Forschungsbereiches
Division director



Forschungsbereich Pilotanlagenzentrum Schkopau
Research division pilot plant center Schkopau

Dr. Mathias Hahn
Leiter des Forschungsbereiches
Division director

Marina Hildenbrand

Verwaltungsleiterin
Head of the administration

Dr. habil. Steffen Fischer

Polysaccharidchemie
Polysaccharide chemistry

Dr. Waltraud Vorwerg

Stärke/Molekulare Eigenschaften
Starch/Molecular properties

Dr. Horst Ebeling

Processing
Processing

Dr. Johannes Ganster

Materialentwicklung und Strukturcharakterisierung
Materials development and Structure characterization

Dr. habil. Rudi Danz

Physikalisch aktive Polymere
Physically active polymers

Dr. Andreas Holländer

Oberflächen
Surfaces

PD Dr. habil. Joachim Stumpe

Polymerphotochemie
Polymer photo chemistry

PD Dr. habil. Silvia Janietz

Polymere und Elektronik
Polymers and electronics

Dr. Arno Seeboth

Chromogene Polymere
Chromogenic polymers

PD Dr. habil. Dietmar Janietz

Optische Funktionsmaterialien
Self organizing materials

Prof. Dr. André Laschewsky

Wasserbasierende Funktions-
polymere und Kolloide
*Water-born functional
polymers and colloids*

Dr. Joachim Storsberg

Funktionspolymere für
die Medizintechnik
*Functional polymers for
medical technology*

Dr. Jean-Francois Lutz

Polymere Nanotechnologie
für Life Science
*Polymer nanotechnology
for life science*

Prof. Dr. Michael Bartke

Wissenschaftlicher Leiter
Scientific director



Laboraausstattung

Analytik

Chemische Analyse

- Geräte zur Elementaranalyse (C, H, N, S, O)
- ICP-Emissionsspektrometer
- Nasschemische Methoden
- Gaschromatographen
- Ionenchromatograph
- Hochleistungs-Flüssig-Chromatographen (HPLC)
- Massenspektrometer
- Online IR-Spektrometer

Physikalisch-chemische Charakterisierung von Polymerlösungen

- Gelpermeationschromatographen mit Multidetektion (VISCO, MALLS, UV, RI)
- Statische und dynamische Lichtstreuung
- Interferometrisches Refraktometer (dn/dc -Bestimmung)
- Präparative Molmassenfractionierung
- Analytische Ultrazentrifugation
- Dampfdruckosmometer
- Membranosmometer
- Automatische Verdünnungs-Viskosimeter
- Partikelcharakterisierung (Partikelgrößenanalyse, Zetapotential, Oberflächenladung)
- Tensiometer (Platte/Ring), Spinning drop Tensiometer
- Oszillationsrheologie (Speicher- und Verlustmodul, Netzwerkbildung)
- Trübungsphotometer
- Elektrochemische Charakterisierung
- Biegeschwinger (partiell spezifisches Volumen, Polymerisationskinetik)

Strukturanalyse von Lösungen und Festkörpern

- Röntgenbeugungsmethoden (Klein- und Weitwinkelstreuung)
- NMR-Spektrometer (400 und 500 MHz)
- FTIR-, UV-VIS- und Fluoreszenz-Dioden-Array-Spektrometer
- Fluoreszenz-Spektrometer (Spex Fluorolog)
- Elektronenmikroskop (TEM, REM, EDX)
- Atomic-Force-Mikroskop
- Fluoreszenzmikroskop mit CCD Kamera
- Elektronenspektrometer zur chemischen Analyse (ESCA)
- Lichtmikroskop
- Automatisches Kontaktwinkelmesssystem
- Geräte zur thermischen Analyse
- Reaktionskalorimeter
- Schmelzindexbestimmung
- Messplatz zur Bestimmung von Porengrößenverteilungen und Oberflächen poröser Festkörper
- Ellipsometer
- Automatisches Wasserdampf-sorptionsmessgerät

Ausführliche Informationen zu unserem umfangreichen Analytik-Angebot finden Sie unter www.polymer-analytik.de

Ausstattung

- Reinraum (Klasse 1000 und 10000)
- Syntheselabors
- Labore zur physikalischen Charakterisierung

Kombinierte Messverfahren

- Messplatz zur Bestimmung der elektrischen und optischen Eigenschaften von OLED
- OLED-Lebensdauer messplatz
- Messplatz zur Bestimmung der Eigenschaften von Organischen Feldeffekttransistoren
- Messplatz zur Bestimmung der Effizienz von Solarzellen
- Spektroelektrochemischer Messplatz
- Schichtdickenmesstechnik im Bereich 20nm bis 20 µm
- Messplätze zur Bestimmung der piezo- und pyroelektrischen Eigenschaften

Lasertechnik

- holographischer Messplatz
- Aufbau zur laserinduzierten Anisotropie
- Ar+Laser
- Kr+Laser
- Diodengepumpter Festkörperlaser
- HeCd Laser
- HeNe Laser

Optische Messtechnik

- UV-Vis, Fluoreszenz und FTIR Spektrometer mit Mikroskopiermöglichkeiten
- Spektroskopische Ellipsometer
- Polarisationspektrometer
- Messplätze für nichtlineare optische Eigenschaften
- Spektroradiometer zur winkelabhängigen Charakterisierung optischer Bauelemente

Mechanische Prüfung

- 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 50l-Reaktor zur heterogenen Modifizierung von Cellulose und Stärke
- Apparatur zur UV-Vernetzung und UV-Stabilität
- Automatische Reaktorsysteme RC1, LabMax
- Laborautoklaven
- Hochdruckreaktorsystem mit Gasdosieranlage

Modifizierung von Oberflächen und Filmen

- Anlagen zur Oberflächenmodifizierung von Polymeren mit Niederdruck-Atmosphärendruckplasma und VUV-Strahlung
- Elektrische Polarisierungs- und Bedampfungstechniken
- Sprüh- und Spin-coater

Polymerverarbeitung

- Verarbeitung von Polymeren und Polymerlösungen
- Einrichtungen zur kleintechnischen Herstellung und Verformung thermoplastischer Kunststoffe
- Nassspinntechnik für Viskose und Carbamat
- Lyocelltechnologie für Fasern und Folien
- Technika zur Herstellung dünner Polymerschichten
- Messextruder mit diversen Verformungswerkzeugen
- Technikums-Sprühtrockner
- Gefriertrocknungsanlagen
- Wirbelschichttrockner
- Jet-Kocher
- Mikrowellenreaktor
- Ultrafiltrationsanlagen
- 5-Schicht-Flachfolien-Extruderanlage
- Berghofzellen zur Latexreinigung (bis zu 2 l)



Laboratory Equipment

Analytics

Chemical analysis

- instruments for elemental analysis (C,H,N,S,O)
- ICP optical emission spectrometer
- wet chemical methods
- gas chromatographs
- ion chromatograph
- high performance liquid chromatographs (HPLC)
- mass spectrometers
- online IR-spectroscopy

Physical-chemical characterization of polymer solutions

- gel permeation chromatography with multidetection (VISCO, MALLS, UV, RI)
- static and dynamic light scattering
- interferometric refractometer (dn/dc-determining)
- preparative molar mass fractionation
- analytical ultra centrifugation
- vaporpressure osmometer
- membrane osmometer
- automatical dilution viscosimeter
- particle characterization (particle size analysis, zeta potential, surface charge)
- tensiometer (plate/ring), spinning drop tensiometer
- oscillation rheology (storage and loss modulus, network forming)
- turbidity photometer
- electrochemical characterization
- bending vibration (partial specific volume, polymerization kinetics)

Structure analysis of solutions and solid matters

- x-ray diffraction methods (small-angle and wide-angle scattering)
- NMR spectrometer (400 and 500 MHz)
- FTIR,UV-VIS and fluorescence diode array spectrometer
- fluorescence spectrometer (Spex fluorolog)
- electron microscope (TEM,REM,EDX)
- atomic force microscope
- fluorescence microscope with CCD camera
- electron spectrometer for chemical analysis (ESCA)
- light microscope
- automatic contact angle measuring system
- instruments for thermal analysis
- reaction calorimeter
- melt-flow index determination
- test station for determining pore-size distribution and surfaces of porous solids
- ellipsometer
- automatic water vapor sorption measuring device

Detailed information about our broad spectrum of analytical methods and services you will find at

www.polymer-analysis.com

Equipment

- clean-room (class 1.000 and 10.000)
- laboratories for synthesis
- laboratories for physical characterization

Combined measuring methods

- test station for determining electronic and optical properties
- OLED durability test station
- test station for determining properties of organic field-effect transistor
- test station for determining the efficiency of solar cells
- spectro-electrochemical test station
- test station for deposit thickness within 20 nm – 20 μm
- test stations for determining piezo- and pyro-electric properties

Laser technology

- holographic test station
- station for laser induced anisotropy
- Ar⁺ laser
- Kr⁺ laser
- diode pumped solid laser
- HeCd laser
- HeNe laser

Optical measuring methods

- UV-Vis and FTIR microscope spectrometer
- spectroscopic ellipsometer
- polarization spectrometer
- test stations for measuring non-linear optical properties
- spectro radiometer for angle dependent characterization of optical components

Mechanical testing

- Determination of the parameter:
- tensile, flexural and tearing strength
 - tensile and flexural modulus
 - fracture work
 - peeling force
 - abrasion
 - shore hardness and impact strength
 - service life under various long-term and alternating stresses

Polymer synthesis and derivatization

- laboratory and pilot-plant scale equipment for polymer synthesis for polymer synthesis by melt polycondensation, bulk, emulsion and solution polymerization and polymer analog reactions
- explosion-proof 50l reactor for heterogeneous derivatization of cellulose and starch
- equipment for UV cross-linking and UV stability
- automatic reactor systems RC1, LabMax
- laboratory vessels
- high performance reactor system with gas dosing plant

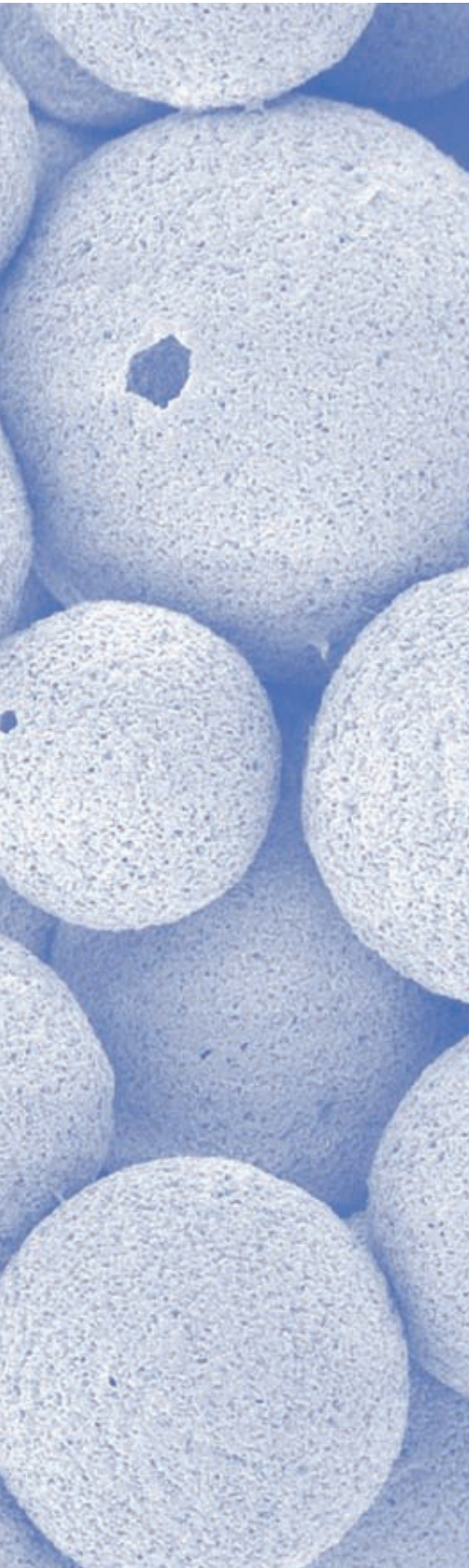
Modification of surfaces and films

- equipment for surface modification of polymers with low-pressure and atmospheric pressure plasma and VUV radiation
- electrical polarization and evaporation methods
- spray and spin coater

Polymer processing

- processing of polymers and polymer solutions
- equipment for pilot-scale production and extrusion of thermoplastics
- equipment for production and wet spinning of polymers from solution, particularly viscous and carbamate
- lyocell technology for fibers and foils
- equipment for pilot-scale production of thin polymeric layers
- laboratory extruder with diverse molding instruments
- pilot-scale spray drier
- lyophilizer
- turbulent-layer drier
- jet boiler
- microwave reactor
- ultrafiltration
- 5-layer flat film extruder plant
- Berghof cells for latex cleaning (up to 2l)

Native Polymere
Natural Polymers



- Celluloseforschung im Fraunhofer IAP
*Cellulose and starch research
at the Fraunhofer IAP*
- Neue Produkte aus Hemicellulose
New products from hemicelluloses
- Kationische Stärkederivate für die
Herstellung von Papier
*Cationic starch derivatives for
wet-end application*
- Eigenschaften von Cellulose-
triacetat in Lösung
Solution properties of cellulose triacetate
- AeroCell Projekt – Präparation und
Charakterisierung von Aerogelen aus
Cellulosecarbamatlösungen
*AeroCell project – preparation and
characterization of aerogels from cellulose
carbamate solutions*
- Rieselfähige Cellulose-Spinnfasern –
Ideal für neue Verbundmaterialien
*Free-flowing rayon fiber pellets –
ideal for novel composites*

Cellulose- und Stärkelforschung im IAP

Cellulose, Hemicellulose, Stärke und Chitin sind Polysaccharide, die als native Polymere von der Natur in nahezu unbegrenzter Menge synthetisiert werden und ein noch lange nicht ausgeschöpftes Potential für eine nachhaltige industrielle Nutzung aufweisen.

Cellulose ist dabei das am häufigsten vorkommende Biopolymer auf der Erde und mit einer Bildungsrate von etwa 1,5 Billionen Tonnen jährlich der global bedeutendste nachwachsende Rohstoff. Neben der Verwendung in Form von Holz und Papier ist Cellulose auch ein bedeutender Rohstoff für die chemische Industrie, der zum einen zu Regeneratcelluloseprodukten (u.a. Fäden, Folien, Schwämme, Membranen) verarbeitet wird und aus dem zum anderen vielfältig einsetzbare Cellulose-derivate (Fasern, Zigarettenfilter, Klebstoffe, Bauhilfsstoffe, Bohrmittel, Hygieneprodukte, Pharmaka-Komponenten etc.) hergestellt werden. Die Verarbeitung der Cellulose ist jedoch nicht unproblematisch, weil dieses Polymer unschmelzbar und in üblichen Lösungsmitteln nicht löslich ist. Hieraus ergibt sich ein Forschungsbedarf, der von der Verbesserung bestehender Verfahren und Produkte bis hin zu grundsätzlich neuen Lösungen und Anwendungen reicht.

Neben der Cellulose gehört Stärke zu den unverzichtbaren Ressourcen mit langer Tradition. Sowohl im Lebensmittelbereich als auch in technischen Anwendungen werden die vielfältigen funktionellen Eigenschaften der Stärke genutzt. Einsatzgebiete von Stärke im Non-Food-Bereich sind Additive in der Papierherstellung, Baustoffe, Faserschichten, Klebstoffe, Fermentationen, Biokunststoffe, Reinigungsmittel sowie kosmetische und pharmazeutische Produkte. Der Bedarf an modifizierter Stärke wächst weltweit und damit ein-

hergehend auch die Anforderungen an die Stärkelforschung, entsprechende Produkte und Verfahren zu entwickeln.

Im Fraunhofer IAP liegen umfangreiche Kompetenzen und langjährige Erfahrungen auf dem gesamten Gebiet der Cellulose- und Stärkelforschung vor, die interdisziplinär von Chemikern, Physikern und Ingenieuren betrieben wird, und die von der angewandten Grundlagenforschung im Labor bis zum Betrieb von kleintechnischen Anlagen reicht.

Struktur und Eigenschaften von Rohstoffen und industriellen Produkten

Die industrielle Nutzung nachwachsender Rohstoffe erfordert generell eine spezifische Charakterisierung der Ausgangsmaterialien. Weiterhin stellt die Ermittlung von Zusammenhängen zwischen Prozessbedingungen, Strukturen und Eigenschaften bei der Entwicklung neuer Cellulose- und Stärkematerialien eine zentrale Aufgabe dar.

Eine besondere Stärke des Fraunhofer IAP sind hier die umfangreich vorhandenen Methoden und Kompetenzen zur molekularen Charakterisierung und zur Untersuchung der übermolekularen Struktur der nativen Polymere. Neben der Molmassenbestimmung mittels HP-GPC-RI-MALLS und der NMR-Spektroskopie gehören hierzu Röntgenbeugungsmethoden und elektronenmikroskopische Methoden. Ein umfangreiches Methodenarsenal (EM, SAXS, BET, Hg) steht auch zur Charakterisierung der Porosität von Produkten aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verfügung und wird gegenwärtig u.a. im Rahmen des EU-Projektes Aerocell eingesetzt.

Cellulosederivate als Specialities

Die großtechnische Derivatisierung von Cellulose erfolgt in der Regel durch Heterogenreaktionen. Eine Voraussetzung ist dabei das Aufbrechen der Wasserstoffbrückenbindungen, die sogenannte Aktivierung. Im IAP liegen umfangreiche Erfahrungen zu Aktivierungsverfahren vor (u.a. mit Natronlauge, Harnstoff, Enzymen, Salzsäure). Zu den Entwicklungen von Spezialprodukten und Cellulosederivaten für Anwendungen im Bereich Life Sciences zählen u.a. perlförmige Trenn- und Trägermaterialien, neue Anti-Graffiti-Anstrichstoffe, Verdickungsmittel, Adsorbentien und spezielle Derivate für den Einsatz in der Medizin. Durch die Synthese können Substitutionsmuster erzeugt werden, die es ermöglichen, das Eigenschaftsprofil der Derivate in weiten Grenzen zu variieren. Beispielsweise dienen in 2,3-Stellung substituierte Cellulosesulfate zur Verbesserung der Blutverträglichkeit, in 6-Position substituierte Produkte für die Herstellung von Symplexmembranen oder Mikrokapseln. Die Arbeiten an neuen Derivaten sind in der Regel gekoppelt mit der Prozessentwicklung, wobei ein upscaling in den Technikumsmaßstab (50 l Reaktor) möglich ist.

Die Erfahrungen aus der Cellulosechemie werden heute zunehmend auf Hemicellulosen, Stärke, Pektine und Chitosan übertragen.

Cellulosegeneratetechnologien: Fasern, Folien und Nonwovens

Einen weiteren Schwerpunkt der Arbeiten des IAP stellen Cellulosegeneratetechnologien dar, wobei neben dem Viskoseverfahren umweltfreundliche Alternativen wie die Lyocelltechnologie

und das Carbamatverfahren weiterentwickelt werden. Als Erfahrungsträger der Viskosetechnologie steht das IAP für Fragen des Rohstoffeinsatzes, Detailverbesserungen oder optimalen Chemikalieneinsatz zur Verfügung. Auf der Grundlage des umweltfreundlichen Lyocellverfahrens wurde im Fraunhofer IAP ein Blasextrusionsverfahren entwickelt, das die Herstellung von Wursthüllen, Verpackungsmaterialien oder Membranen ermöglicht. Cellulosefasern eignen sich aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften hervorragend für Vliesstoffe als einer überdurchschnittlich wachsenden Materialklasse. Zusammen mit Industriepartnern wird gegenwärtig an einer umsetzbaren Lyocell-basierten meltblown Nonwoventechnologie als einer Weltneuheit gearbeitet. Ein anderer vielversprechender Ansatz beruht auf dem flüssigkristallinen System von Cellulosecarbamate in NMMO/Wasser, wobei die Herstellung von Hochfestfäden und Nonwovens aus diesem System zum Patent angemeldet wurde.

Cellulosefaser verstärkte Kunststoffe (www.neue-verbundwerkstoffe.de)

Im Fraunhofer IAP wird gegenwärtig an der Entwicklung höherbelastbarer Composite mit Cellulose regeneratfasern (Reifencord) als Verstärkungsfasern gearbeitet, die in den Bereich der glasfaserverstärkten Kunststoffe und der Konstruktionspolymere vordringen sollen. Es wurde gezeigt, dass die neuentwickelten Cellulosefaser-PP-Composite bei verringertem Gewicht im Vergleich zu Glasfaser verstärkten Kunststoffen insbesondere eine überragende Schlagzähigkeit aufweisen. Die Einsatzvorbereitung dieser neuen spritzgussfähigen Commodity-Materialien umfasst neben

der Materialoptimierung u.a. auch gemeinsam mit einem Industriepartner die Entwicklung von Sichtbauteilen im Automobilbau.

Funktionalisierung von Stärke

Die Aufgaben für die Stärkeforschung am Fraunhofer IAP ergeben sich aus dem Bedarf der Industrie, diesen Rohstoff an die Anforderungen der unterschiedlichen Applikationen und Verarbeitungsprozesse anzupassen. Die speziellen Eigenschaften der Wasserlöslichkeit, der Wasserbindung und der Viskositätsbildung der Stärke sind dabei genauso gefragt wie ein inhibiertes Quellvermögen und die eingeschränkte Wasserdampfdurchlässigkeit von Filmen. Die Erkundung neuer Wege zur Modifizierung von Stärke und das Einbringen von Innovationen in die Stärkeindustrie und in die chemische Produktion gehören zu den zukunftssträchtigen Aufgaben. Die Anwendung verschiedener Technologien wie Batch- und Druckreaktoren, Knetter oder Extruder bildet die Basis. Die Verarbeitung und Anwendung von Stärkeprodukten erfolgt mit verschiedenen Methoden der Dispersions- und Lösungsherstellung, wobei das Jet-Kochen unter industrienahen Bedingungen hervorzuheben ist. Im Papierverbund der FNR/BMVEL werden in enger Zusammenarbeit von PTS, IAP und mehreren Firmen der Stärke- und Papierindustrie attraktive Zielstellungen verfolgt, die nicht nur die Qualität verschiedener Endprodukte verbessern, sondern auch positive Auswirkungen auf die Ökonomie und Ökologie der Herstellungsverfahren realisieren sollen. Für die Verfahrensoptimierung der Oberflächenleimung von Papier und Karton werden produktimmanente und verfahrenstechnische Parameter beim

Aufschluss und bei der Verarbeitung von Stärke untersucht. Zusammenhänge zwischen molekularer Struktur der Stärke einerseits und Eigenschaften wie Bindekraft, Viskosität und Penetration andererseits werden mit den Papiereigenschaften korreliert. Eine Fragestellung beschäftigt sich mit den Auswirkungen unterschiedlicher Bedingungen bei der Herstellung kationischer Stärken auf deren Eigenschaften und auf relevante Prozess- und Qualitätsparameter bei der Papierherstellung. Einen weiteren Schwerpunkt bildet die Optimierung von Stärkeklebstoffen für die Herstellung von Wellpappe im Hinblick auf die Verbesserung der Prozesssicherheit, der Produktivität und der Qualität.

European Polysaccharide Network of Excellence (EPNOE)

Die Polysaccharide Cellulose, Hemicellulose, Stärke und Chitin stellen als native Polymere ein unerschöpfliches Potential für eine nachhaltige industrielle Nutzung dar. Vor diesem Hintergrund wird von der Europäischen Kommission der Aufbau eines Exzellenz-Netzwerkes gefördert, das durch Kooperation führender Forschungseinrichtungen die europäische Polysaccharidforschung im Weltmaßstab weiter stärken soll. Dem EPNOE gehören 17 Partner aus 9 Ländern an, die zu allen Disziplinen der Polysaccharidforschung beitragen. Als Gründungsmitglied des Netzwerkes verfolgt das Fraunhofer IAP auch auf diesem Weg seine Strategie, die Kompetenzen auf dem Gebiet der nativen Polymere zu stärken und ein weltweit anerkannter Partner der Industrie zu sein.



Cellulose and starch research at the IAP

Cellulose, hemicellulose, starch and chitin are native polymers known as polysaccharides, which are synthesized by nature in virtually unlimited quantities and offer almost inexhaustible potential for sustainable industrial use.

Cellulose is the most frequently occurring biopolymer on the planet and, forming at the rate of some 1.5 billion tonnes/annum, is globally the most important renewable resource. In addition to its use in the form of wood and paper, cellulose is also an important raw material for the chemical industry. It is processed into regenerated cellulose products, such as fibers, films, sponges and membranes, and, in the form of versatile cellulose derivatives, into fibers, cigarette filters, adhesives, building additives, cutting oils, hygiene products, pharmaceutical components, etc. However, processing of cellulose presents some problems, because this polymer cannot be melted and is insoluble in the usual solvents. This creates a need for research in a range of areas, from improving existing processes and products to developing fundamentally new solutions and applications.

In addition to cellulose, starch is an indispensable resource with a long tradition. The many different functional properties of starch are used in both the food sector and technical applications. Applications for starch in the non-food sector include additives for paper manufacture, construction materials, fiber sizes, adhesives, fermentation, bioplastics, cleaning agents, and cosmetic and pharmaceutical products. The global demand for modified starch is increasing, which places growing pressure on starch research to develop suitable products and processes. At the Fraunhofer IAP, comprehensive

know-how and long-standing experience across the whole field of cellulose and starch research are available. Research is carried out on a cross-disciplinary basis by chemists, physicists and engineers cooperating in activities ranging from applied basic research in the laboratory to pilot-plant operation.

Structure and properties of raw materials and industrial products

The industrial use of renewable resources generally requires specific characterization of the starting materials. In addition, determination of the relationships between process conditions, structures and properties in the development of new cellulose and starch materials is a key task. A special strength of the Fraunhofer IAP in this respect is the availability of extensive methods and expertise to carry out molecular characterization and study the supermolecular structure of native polymers. Besides the molecular characterization by HP-GPC-RI-MALLS and NMR spectroscopy, use is also made of X-ray diffraction methods and electron microscopy. A comprehensive arsenal of methods (EM, SAXS, BET, Hg) is also available to characterize the porosity of products from renewable resources. These are currently being employed in the EU Aerocell project, among others.

Cellulose derivatives as specialties

The derivatization of cellulose on an industrial scale is generally carried out by heterogeneous reactions. A key requirement for derivatization is to break the hydrogen bridge bonds in a

process known as activation. At IAP we have extensive experience with activation processes (using caustic soda, urea, enzymes, molten salts, etc). Our developments in specialty products and cellulose derivatives for applications in the life science sector include separation and carrier materials in bead form, new anti-graffiti coatings, thickeners, adsorbents and special cellulose derivatives for use in medicine.

Through synthesis, substitution patterns can be produced that make it possible to vary the property profile of the derivatives within wide limits. For example, cellulose sulfates substituted in the 2,3 position can be used to improve blood compatibility, while products substituted in the 6th position are suitable for the manufacture of symplex membranes or microcapsules.

Another example of new cellulose derivatives is that of bifunctional mixed ethers. Work on new cellulose derivatives is generally coupled with process development, with the possibility of scale-up to pilot-plant operation (50 l reactor).

Experience gained in cellulose chemistry is now increasingly being applied to hemicelluloses, starch, pectins and chitosan.

Regenerated cellulose technologies: fibers, films and nonwovens

Another important focus of IAP activities is on regenerated cellulose technologies. Besides the viscose process, environment-friendly alternatives such as Lyocell technology and the carbamate process for production of fibers, films and nonwovens are being further developed.

As a specialist in viscose technology, the IAP can provide assistance with raw material deployment, detailed improvements or optimum use of chemicals.

On the basis of the environment-friendly Lyocell process, an extrusion blow molding process has been developed at Fraunhofer IAP, which can be used to produce sausage casings, packaging materials and membranes. Cellulosic fibers, with their unique properties, are ideally suited to the production of non-wovens, a material class that is growing at an above-average rate. Together with industry partners, IAP is currently working on practical Lyocell-based meltblown nonwoven technology, which is a world first.

Another highly promising approach is based on the liquid crystalline system of cellulose carbamate in NMMO/water. The use of this system to produce high tenacity filament yarns and nonwovens is the subject of a patent application.

Cellulose-fiber-reinforced plastics (www.new-composites.com)

At Fraunhofer IAP, work is currently progressing on the development of high-strength composites reinforced with regenerated cellulose fibers (tire cord), which are aimed at the glass-fiber-reinforced plastics and engineering polymers sector.

It was shown that the newly developed cellulose fiber-PP composites, while being more lightweight than glass-fiber-reinforced plastics, have excellent impact strength.

In preparation for their intended field of application, these new injection moldable commodity plastics are undergoing material optimization. IAP is also

involved in a project with an industry partner to develop visible automotive components based on these materials.

Functionalization of starch

Starch research activities at the Fraunhofer IAP arise from industry's need to adapt this raw material to the requirements of different applications and processes.

There is a demand for the special properties of starch, such as water solubility, water-binding capacity and viscosity development, but also a requirement for starch films with inhibited swelling behavior and restricted water vapor permeability. Investigating new ways to modify starch and introduce innovations into the starch industry and chemical production is one promising area of activity.

The use of different technologies, such as batch and pressurized reactors, kneaders and extruders, forms the basis of this work. Different methods are used to prepare dispersions and solutions for the processing and application of starch products. Particular mention should be made of jet cooking under simulated industrial conditions. In the Paper Group of the German Renewable Resources Agency/Ministry of Consumer Protection, Food and Agriculture (FNR/BMVVEL), PTS, IAP and a number of companies in the starch, paper, cardboard and corrugated board industries are working closely together in the pursuit of attractive goals, which will not only improve the quality of different end products but also have beneficial effects on the economics of the production processes and ecology of paper factories.

To optimize the surface sizing process

used in paper and cardboard manufacture, product and processing parameters involved in the dissolution and processing of starch are being studied. Relationships between the molecular structure of starch and properties such as binding force, viscosity and penetration are being correlated with paper properties. One line of research is concerned with the effects of different processing conditions in the manufacture of cationic starches on their properties and on relevant process and quality parameters in papermaking.

Another research goal is to optimize starch adhesives used in the production of corrugated board with a view to improving process safety, plant productivity and product quality.

European Polysaccharide Network of Excellence (EPNOE)

As native polymers, the polysaccharides (cellulose, hemicellulose, starch and chitin) have an inexhaustible potential for sustainable industrial use. Against this background, the European Commission is providing funds to set up a world-class network of excellence for European polysaccharide research through cooperation between leading European research institutions. The EPNOE polysaccharide network comprises 17 partners from 9 countries, contributing to all disciplines of polysaccharide research. As a founding member of the network, the Fraunhofer IAP is pursuing its strategy of strengthening competences in the area of native polymers and acting as an internationally recognized partner to industry.



Forschungsbereich Native Polymere – Anwendungen und Dienstleistungen

Celluloseprodukte

- Cellulosederivate aller Art
- Percellulosen als Trenn- und Trägermaterialien für Pharmazie und Medizin
- blutverträgliche oder gerinnungsfördernde Additive und Beschichtungen für die Medizin
- biokompatible Symplex-Kapseln für Biotechnologie und Pharmazie
- bioabbaubare Hochabsorber für Hygieneartikel und Kosmetik
- Symplex-Membranen für destillationsfreie Lösungsmitteltrennung in der chemischen Industrie und der Lebensmittelindustrie
- Anti-Graffiti-Beschichtung
- Flockungsmittel für Papierindustrie, Wasser- und Abwasserreinigung
- Viskositätsregulatoren und Dispersionsstabilisatoren für Kosmetik-, Lebensmittel-, Farb-, Baustoffindustrie sowie die chemische Industrie
- Bakterienzellulose

Verfahrensentwicklung

- neue Synthesewege für Polysaccharidether und -ester
- Verfahren zur Herstellung von Cellulosemischderivaten
- Synthese von Cellulosecarbamaten
- Synthese von Cellulosesulfaten
- Optimierung von Homogen- und Heterogensynthesen
- Up-scaling von Synthesen bis zum 50 l-Maßstab für Heterophasen-Reaktionen

Stärkeprodukte

- Flockungsmittel zur Abwasserreinigung und Schlammwässerung
- Papierhilfsmittel
- Textilhilfsmittel (Schlichten)
- umweltfreundlicher Klebstoff für Papiermaterialien
- Bindemittel für Gipskarton- und Mineralfaserplatten
- Stärkederivate in Kosmetik, Wasch- und Reinigungsmitteln
- hydrophobe Stärken für Dispersionsklebstoffe
- Klebemittel für Holzfaserplatten
- amphiphile Stärkederivate
- funktioneller Lebensmittelzusatzstoff: Dickungsmittel, Bindemittel und Gelbildner
- Stärkeether für Mikroverkapselung
- vernetzte Stärken
- Tablettierhilfsmittel, Mikroverkapselung für die Pharmaindustrie
- Stärkederivate zur Folienherstellung

Verfahrensentwicklung

- Enzymatische Modifizierungsverfahren zur Herstellung von Spezialprodukten
- Kombination von enzymatischen und chemischen Verfahrensstufen
- Verfahren zur Herstellung von bisubstituierten Stärkederivaten
- Reaktivextrusion von Stärke

Cellulosematerialien und Verfahrensentwicklung

Viskoseverfahren

- Filamentgarne und Stapelfasern
- Hohlfasern
- Folien und Schläuche (Wursthüllen)
- Eignungstests von Zellstoffen

Carbamatverfahren

- Synthese von Cellulosecarbamaten
- Filamentgarne und Stapelfasern
- Spunlaid Nonwovens
- Hohlfasern, Schläuche, Folien
- Hochfestfasern und Nonwovens aus LC-System CC-NMMO-Wasser
- Hochporöse Aerogel-Materialien (Dichte um 0,05 g/cm³)

Lyocellverfahren

- Blasfolien für Wursthüllen, Verpackung, Membranen
- Meltblown Nonwovens
- Filamente und Fasern

Verformung und Fällen unter starker Scherung

- Trenn- und Trägermaterialien
- Adsorbentien
- Fibrilde

Thermoplastische Verformung und Verbundmaterialien

- Polysaccharidblends und Hybridmaterialien
- Compoundierung von Kompositmaterialien
- Cellulosefaserverstärkte Thermoplaste (www.neue-verbundwerkstoffe.de)
- Biokomposite

Cellulosische Verstärkungsfasern

- Naturfasern (Flachs, Hanf, Jute)
- Mercerisierung von Naturfasern
- Cellulose regeneratfasern

Rohstoffuntersuchung, Materialcharakterisierung und -prüfung

- Charakterisierung von Cellulose- und Stärkerohstoffen
- einsatzorientierte Prüfung
- Charakterisierung von Polymerlösungen (Molmassenverteilung, Rheologie)
- Materialprüfung von Fasern, Folien und Formkörpern
- chemisch-physikalische Charakterisierung von Polymeren
- Substitutionsgrade und -muster von Polysacchariden (u.a. NMR)
- Bestimmung der Emission flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) nach VDA 277
- Charakterisierung der Morphologie und der übermolekularen Struktur von Polymeren
- Charakterisierung von Poren und inneren Oberflächen
- Zusammenhänge zwischen Herstellungsbedingungen, Strukturen und Eigenschaften
- Stofftransport- und Trenneigenschaften von Membranen und Trägermaterialien
- chemische Analyse organischer und anorganischer Substanzen und Substanzgemischen

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Native Polymere
Dr. habil. Hans-Peter Fink
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-18 15
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-38 15
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Polysaccharidchemie
Dr. habil. Steffen Fischer
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-15 12
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-25 18
steffen.fischer@iap.fraunhofer.de

Stärke/Molekulare Eigenschaften
Dr. Waltraud Vorwerg
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-16 09
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-31 63
waltraud.vorwerg@iap.fraunhofer.de

Processing
Dr. Horst Ebeling
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-18 10
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-25 08
horst.ebeling@iap.fraunhofer.de

Strukturcharakterisierung
Dr. habil. Hans-Peter Fink
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-18 15
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-38 15
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Materialentwicklung und -prüfung
Dr. Johannes Ganster
 Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-17 06
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-37 07
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de



Research division natural polymers – applications and services

Cellulose products

- cellulose derivatives of all types
- bead cellulose as separating and carrier materials for pharmacy and medicine
- blood-compatible additives, coagulants and coatings for medicine
- biocompatible symplex capsules for biotechnology and pharmacy
- biodegradable super absorbers for hygienic articles and cosmetics
- symplex membranes for distillation-free solvent separation in the chemical and food industries
- anti-graffiti coating
- flocculants for the paper industry, for water-purification and waste water treatment
- viscosity regulators and dispersion stabilizers for cosmetics, food, dye, construction, and chemical industry
- bacterial cellulose

Process development

- new routes for polysaccharide ethers and -esters
- process for production of mixed cellulose derivatives
- synthesis of cellulose carbamate
- synthesis of cellulose sulphates
- optimization of homogeneous and heterogeneous syntheses
- up-scaling of syntheses to 50 l scale for heterophase-reactions

Starch products

- flocculants for wastewater treatment and sludge dewatering
- paper additives
- textile additives (sizing)
- environment-friendly adhesives for paper materials
- binders for gypsum plaster boards and mineral fiber boards
- starch derivatives in cosmetics, detergents and cleaning agents
- hydrophobic starches for dispersion adhesives
- adhesives for wood fiberboards
- amphiphilic starch derivatives
- functional food additives: thickening agents, binders and gelling agents
- starch ether for micro encapsulation
- cross-linked starches
- tableting aid, micro encapsulation for the pharmaceutical industry
- starch derivatives for film production

Process development

- enzymatic modification processes for the production of special products
- combination of enzymatic and chemical process steps
- process for production of bisubstituted starch derivatives
- reactive extrusion of starch

Cellulose materials and process development

Viscose technology

- filament yarns and staple fibers
- hollow fibers
- films and tubes (sausage casings)
- screening tests of cellulose pulps

Carbamate technology

- synthesis of cellulose carbamate
- filament yarns and staple fibers
- spun laid nonwovens
- hollow fibers, tubes, films
- high-strength fibers and nonwovens from LC-system CC-NMMO-water
- high porous aerogel-like materials (Density about 0,05 g/cm³)

Lyocell technology

- blown films for casings, packaging, membranes
- meltblown nonwovens
- filaments and fibers

Shaping and precipitation in a strong shear-field

- separating agents and carrier materials
- adsorbents
- fibrils

Thermoplastic molding and composite materials

- polysaccharide blends and hybrid materials
- compounding of composite materials
- thermoplastics reinforced with cellulose fibers
(www.new-composites.com)
- bio composites

Cellulose reinforcing fibers

- natural fibers (flax, hemp, jute)
- mercerization of natural fibers
- regenerated cellulose fibers

Feedstock analysis, material characterization and testing

- characterization of cellulose and starch feed stocks
- application-oriented testing
- characterization of polymer solutions (molecular mass distribution, rheology)
- material testing of fibers, films and molded parts
- chemico-physical characterization of polymers
- degree of substitution and substitution pattern of polysaccharides (e.g. NMR)
- determination of the emission of volatile organic compounds (VOC) according to VDA 277
- characterization of the morphology and the supramolecular structure of polymers
- characterization of pores and inner surfaces
- relationships between production conditions, structures and properties
- mass transport and separation properties of membranes and carrier materials
- chemical analysis of organic and inorganic substances and mixtures

Contact



Division director
Natural polymers
Dr. habil. Hans-Peter Fink
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-18 15
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
 hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Polysaccharide chemistry
Dr. habil. Steffen Fischer
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-15 12
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 18
 steffen.fischer@iap.fraunhofer.de

Starch/Molecular properties
Dr. Waltraud Vorweg
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-16 09
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-31 63
 waltraud.vorweg@iap.fraunhofer.de

Processing
Dr. Horst Ebeling
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-18 10
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 08
 horst.ebeling@iap.fraunhofer.de

Structure characterization
Dr. habil. Hans-Peter Fink
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-18 15
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
 hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Material development and testing
Dr. Johannes Ganster
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-17 06
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-37 07
 johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Neue Produkte aus Hemicellulose

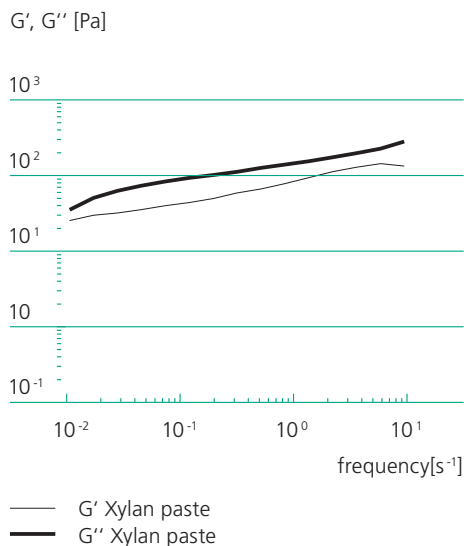


Fig. 1: Frequency sweep testing of the xylan paste from oat spelts (dry content: 23 %) with storage (G') and loss modulus (G'').

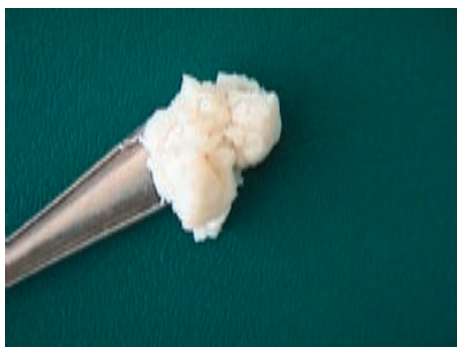


Fig. 2: Example for a xylan paste from oat spelts.

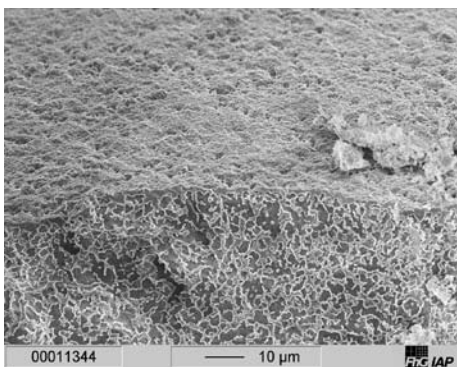


Fig. 3: Scanning electron micrograph (SEM) of the xylan paste after rupture and sublimation of water.

Neben Cellulose und Lignin sind Hemicellulosen eine der drei strukturellen Komponenten der verholzten Zellwand. Bisher wird diese natürliche Ressource kaum genutzt. Ziel dieses Verbundprojektes war die Isolierung und Derivatisierung von Hemicellulosen aus Haferspelzen, wobei am Fraunhofer IAP vorwiegend der Aspekt der chemischen Modifizierung bearbeitet wurde.

Als Hemicellulose wird im Allgemeinen eine Gruppe von Polysacchariden unterschiedlicher Zusammensetzung bezeichnet, die in allen Landpflanzen und einigen Algen vorkommen. Als Monomere treten sowohl Hexosen (z. B. Galactose, Glucose, Mannose) als auch Pentosen (z. B. Arabinose, Xylose) auf. Die dominierende Hemicellulosekomponente in den Resten von Einjahrespflanzen mit einem Anteil von 35 bis 40 Prozent an der Gesamtmasse ist Xylan, wobei die D-Anhydroxyloseeinheiten β -(1-4) glykosidisch verknüpft sind. Neben dem hohen Xylangehalt zeichnen sich Haferspelzen, die als Nebenprodukt bei der Haferflockenproduktion anfallen, durch einen vergleichsweise niedrigen Gehalt an Lignin aus.

Für diese Untersuchungen wurde Xylan verwendet, das mit alkalischer Extraktion aus Haferspelzen isoliert wurde. Das erhaltene Xylan besitzt eine relativ geringe Wasserlöslichkeit, die sich jedoch durch geeignete chemische Modifizierungen erheblich verbessern lässt. Als Derivate wurden Xylanester, -ether und kationsierte Xylane synthetisiert. Neben diesen Xylanderivaten wurde eine neue Methode zur Darstellung einer Xylanpaste entwickelt, die alternative Verwendungsmöglichkeiten eröffnet. So ist z. B. ein Einsatz der Xylanpaste als Trägermaterial in Cremes und Pasten oder als Verdicker denkbar.

Zur Darstellung der Paste wird Xylan zunächst in eine wässrige alkalische Lösung dispergiert und mit einem Oxidationsmittel behandelt.

Nach Absenkung des pH-Wertes und mehrfacher Zentrifugation wird eine weiße Paste cremeartiger Konsistenz erhalten (Fig. 2).

Die Pastenbildung erfolgt, obwohl die Haferspelzen praktisch keine Vernetzer (z. B. Ferulasäuren) enthalten. Die Paste ist unter Erhalt ihrer Struktur in einem weiten Bereich mit Wasser mischbar, so dass sich ein großer Viskositätsbereich einstellen lässt. Um das Fließverhalten der hergestellten Xylanpasten aus Haferspelzen zu charakterisieren, wurden rheologische Untersuchungen durchgeführt. In Fig. 1 sind Verlust- und Speichermodul einer Xylanpaste mit einem Trockengehalt von ca. 23 Prozent dargestellt. Die Paste zeigt typisches Verhalten eines Gels.

Die Struktur der Paste wurde durch verschiedene REM-Techniken untersucht. In Fig. 3 ist eine REM-Aufnahme nach einem Kryobruch und Sublimation des Wassers zu sehen. Die Bruchfläche im unteren Teil des Bildes zeigt eine netzartige Struktur. An der Oberfläche (oberer Teil) sind Partikel zu erkennen, die in eine filmbildende Matrix eingebettet sind. Der Bruch unmittelbar unter der Oberfläche weist keine Partikelstrukturen auf. Weiter von der Oberfläche entfernt treten Einfrierartefakte in Form von Entmischungsstrukturen auf. Für potenzielle Anwendungen wurde die Redispersierbarkeit der hergestellten Paste untersucht. Hierzu wurde die Paste durch Trocknung in Pulverform überführt, mit Wasser redispersiert und anschließend die Viskositäten der Ausgangs- und der redispersierten Paste verglichen. Dabei zeigten beide Xylanpasten ein vergleichbares rheologisches Verhalten.

New products from hemicelluloses

Along with cellulose and lignin, hemicellulose is one of the three main structural components of plant cell walls. Very little use has so far been made of this natural resource. The aim of this joint project was to isolate and derive hemicellulose from oat spelts. At the Fraunhofer IAP, research was focused mainly on the chemical modification aspect. Hemicellulose is generally defined as a group of polysaccharides of various composition that occurs in all terrestrial plants and some algae. The monomers found in hemicellulose include hexoses (e.g. galactose, glucose, mannose) and pentoses (e.g. arabinose, xylose). Xylan is the predominant hemicellulose component, accounting for some 35–40% of the total mass in the residues of annual plants. The anhydroxylose units are linked by β -(1-4) glycosidic bonds. Oat spelts are residues of oat flake production. They contain high amounts of xylan and have a relatively low lignin content. This raw material is therefore a promising source for the isolation of xylan.

Xylan was isolated by alkaline extraction of oat spelts. The xylan obtained has relatively low water solubility, which can, however, be considerably improved by suitable chemical modification of xylan. The focus of our study was the derivatization of xylan by esterification, etherification and cationization.

Besides the synthesis of xylan derivatives, a new method for the preparation of xylan paste was developed to open up alternative applications. The xylan paste could be used, for example, in creams, gels and pastes or as a thickening agent. The paste is prepared by dispersing xylan in an aqueous alkaline solution and treating it with an oxidizing agent. Finally, after lowering the pH-value and repeated centrifugation, a white paste with a creamy consistency is obtained (Fig. 2). Although oat

spelts contain virtually no cross-linking substances, e.g. ferula acids, paste formation occurs.

The paste is miscible with water in a wide range of ratios, while still retaining its structure. Its viscosity can therefore also be flexibly adjusted. The paste was also mixed with hydrophobic substances. Frequency sweep testing of the paste produced higher G' values (storage modulus) than G'' values (loss modulus). The xylan paste from the oat spelts displays typical gel-like behavior (Fig.1).

The structure of the paste was investigated by various scanning electron microscopy (SEM) techniques. Fig. 3 shows a scanning electron micrograph after cryofracture and sublimation of the water. The fracture area in the lower part of the picture shows a reticular structure. On the surface (upper part), particles embedded in a film-forming matrix can be seen. Immediately below the fracture surface, no particle structures can be detected. Further away from the surface, freezing artifacts in the form of phase separation structures appear. Such artifacts are generated by separation of the liquid parts from the xylan paste. The liquid parts have pushed the polymer forward, forming a wall. Finally, the walls are situated ahead of the freezing front. The structure has largely disappeared in the walls. Crystalline water is located between the walls (dark areas).

The redispersibility of the paste was studied with a view to potential applications. For this purpose, the paste was converted to a powder by drying and redispersed with water. The viscosities of the original and redispersed pastes were then compared. The two xylan pastes showed similar rheological behavior.

Kontakt



Dr. Kay Hettrich

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-15 14
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-25 07
 kay.hettrich@iap.fraunhofer.de

Dr. habil. Steffen Fischer

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-15 12
 Fax : +49 (0) 331 / 5 68-25 18
 steffen.fischer@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Peter Kölln KgaA
 Wolff Cellulosics GmbH & Co. KG
 Bundesforschungsanstalt für
 Forst- und Holzwirtschaft (BFH)

Kationische Stärkederivate für die Herstellung von Papier

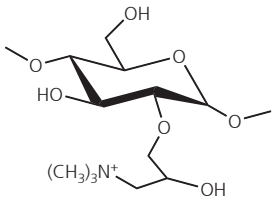
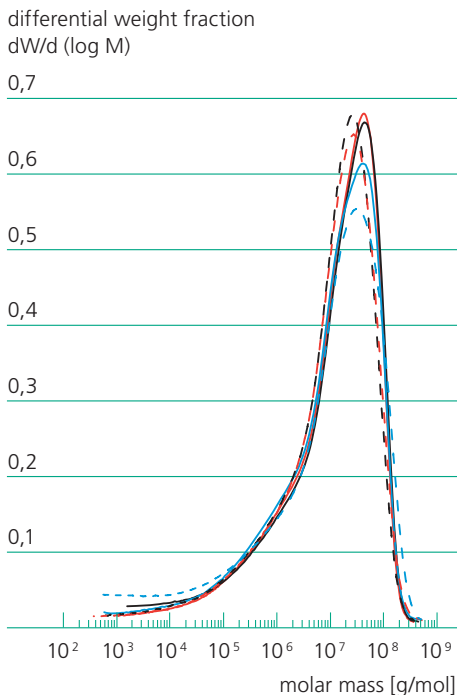


Fig. 1: Monomer unit of cationic starch.

Papierqualität

Stärke und Stärkederivate haben für die Herstellung und Veredelung von Papier eine zunehmende Bedeutung erlangt. Nach den Faserstoffen und mineralischen Rohstoffen stehen sie mengenmäßig an dritter Stelle und sind damit das bedeutendste Additiv. Neben der Verbesserung der Papiereigenschaften hat insbesondere die Massestärke einen Einfluss auf die Maschinengängigkeit. Das größte Potential für eine Erhöhung des Stärkeanteils im Papier wird in der Masseleimung, dem sogenannten »wet end« gesehen. Zur Verbesserung des Eigenschaftsspektrums von Papier werden Derivate entwickelt, die eine Steigerung der mechanischen Festigkeitswerte des Papiers, erhöhte Störstoffbindung und Reduzierung der Abwasserbelastung bewirken. Bis zu 20 Prozent der Stärke in der Papierherstellung wird als Massezusatz zur Faser- und Füllstoffsuspension angewendet. Hier wird fast ausschließlich kationische Stärke eingesetzt (Fig. 1). Aufgrund ihrer positiven Ladung zieht sie auf die negativ geladenen Faserstoffe in der Papierstoffsuspension auf und wird in hohem Maße im Papier zurückgehalten. Gleichzeitig wird die Retention von Füllstoffen verbessert.



jet-cooking at 125 °C

DS	M_w (10^6 g/mol)
— 0,034	45,0±4,0
- - - 0,056	46,7±3,0
— 0,093	49,0±4,0

jet-cooking at 145 °C

DS	M_w (10^6 g/mol)
- - - 0,034	35,4±3,0
- - - 0,056	36,7±3,0
- - - 0,039	46,0±4,0

Fig. 2: Molar mass distribution of cationic potato starches after jet-cooking.

Lösungseigenschaften von Massestärken

Voraussetzung für eine nahezu vollständige Retention der Stärke ist ein optimaler Stärkeaufschluss. Dafür werden die Stärkederivate für den Masseinsatz mittels Jet-Kochprozess vollständig verkleistert. Die Kochung muss so gesteuert werden, dass die Stärkederivate optimal aufgeschlossen sind, ein molekularer Abbau jedoch weitestge-

hend vermieden wird, da dies zu einer Verringerung der Klebkraft und damit zu verminderter Papierfestigkeit führen würde.

Kationische Mais- und Kartoffelstärkederivate mit Substitutionsgraden (DS) zwischen 0,03 und 0,09 wurden nach Jet-Kochung bei Temperaturen zwischen 125 und 150 °C und Slurry-Konzentrationen zwischen 10 und 15 Prozent hinsichtlich ihrer molekularen, rheologischen und Wechselwirkungseigenschaften charakterisiert. Die mittlere Molmasse aller Derivate nahm mit steigender Aufschluss-temperatur ab. Mit zunehmendem DS-Wert hatten die Derivate bei gleichen Aufschlussbedingungen größere Molmassen (Fig. 2). Die mittleren Molmassen der kationischen Kartoffelstärkederivate und die Lösungsviskosität waren bei vergleichbarer Aufschluss-temperatur etwas höher, als die von den kationischen Maisstärkederivaten. Bei den kationischen Kartoffelstärken nahm der Partikelanteil nach Jet-Kochung zwischen 125 und 145 °C von 10 auf 5 Prozent ab, während er bei den kationischen Maisstärken nahezu unabhängig von der Kochtemperatur war und nach der Kochung bei 150 °C immer noch etwa 30 Prozent betrug. Das bedeutet, dass bei den relativ hochsubstituierten kationischen Kartoffelstärkederivaten ein deutlich besserer Lösungszustand erreicht werden konnte, als bei den Maisstärkederivaten. Dies führte u.a. zu einer Erhöhung des Blattgewichtes bei der Papierherstellung und zu verbesserten Papiereigenschaften. Die beste Wirkung in hochbelasteten Wasserkreisläufen wurde mit kationischen Kartoffelstärkederivaten mit DS-Werten von etwa 0,1 erzielt. Das ist darauf zurückzuführen, dass die kationischen Kartoffelstärkederivate mit den höchsten Ladungen die günstigste Wechselwirkung mit den anionischen Cellulosefasern hatten. (Fig. 3)

Cationic starch derivatives for wet-end application

Paper quality

Starch and starch derivatives have become increasingly important in paper manufacture and converting. In terms of quantity, they take third place as raw materials behind fibers and minerals but are the most used additive in papermaking. Besides improving paper properties, wet-end starches have a decisive influence on the runability of papermaking machines. The greatest potential for increasing the starch content of paper is considered to be in the wet end. Applied starch research is focusing on the growing use of starch derivatives to improve the mechanical strength values of paper, increase filler and fines retention and reduce wastewater pollution. Up to 20 percent of the starch used in paper manufacture is added to the fiber and filler suspension. The most important derivative in the wet-end is cationic starch (Fig. 1). The positively charged cationic starch polysaccharides interact with the negatively charged fibers in the paper pulp and most of the starch is retained. At the same time, filler retention is also improved.

Dissolution properties of wet-end starches

Optimum dissolution of starch is essential for efficient interaction and full starch retention. The starch derivatives for wet-end application are therefore fully gelatinized by jet cooking. The cooking conditions have to be carefully controlled to ensure that the starch derivatives are fully dissolved but not molecularly degraded, because this would reduce binding power and decrease paper strength. Cationic corn and potato starch derivatives with

degrees of substitution (DS) between 0.03 and 0.09 were jet-cooked at temperatures between 125 and 150 °C and slurry concentrations between 10 and 15 percent. The molecular, rheological and interactive properties of the solutions were then determined. The weight-average molar mass of all derivatives decreased with increasing cooking temperature. Increasing DS value of the derivatives under constant cooking conditions resulted in solutions with a higher molar mass (Fig. 2). The weight-average molar mass of the cationic potato starch derivatives and the viscosity of the solutions were somewhat higher than for the cationic corn starch derivatives at a comparable cooking temperature. The particle content in jet-cooked potato starch solutions decreased from 10 to 5 percent when the derivatives were cooked between 125 and 145 °C. In cationic corn starch solutions, the particle content was virtually unaffected by the cooking temperature and remained at about 30 percent, even after cooking at 150 °C. This indicates that a much better state of solution could be achieved with the highly substituted cationic potato starch derivatives than with the corn starch derivatives. In paper manufacture, this led to higher paper weight and improved paper properties. The best effect in highly loaded, closed water cycles was achieved with cationic potato starch derivatives with DS values of about 0.1. The reason is that the cationic potato starch derivatives with the highest charge interact best with the anionic cellulose fibers. A measure for this interaction is anionic starch binding by the cationic starch solution (Fig. 3).

Fig. 3: Interaction of cationic potato starch with anionic starch solution.

Kontakt



Dr. Sylvia Radosta

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-16 08

Fax : +49 (0) 331 / 5 68-30 00

sylvia.radosta@iap.fraunhofer.de

Förderung

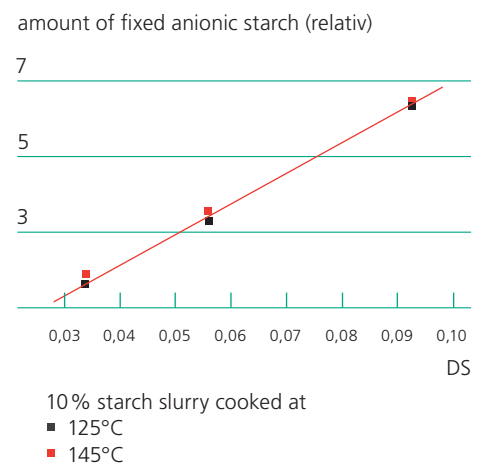
Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft BMVEL
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V.

Kooperation

Papiertechnische Stiftung (PTS), Heidenau
Cerestar Europe, Krefeld
Smurfit Germany, Paper Division
Papierfabrik Hainsberg GmbH

Literatur

Abschlussbericht zum FNR-Projekt
»Entwicklung stärkebasierender Papieradditive für hoch belastete Wasserkreisläufe«,
Förderkennzeichen 22005601



Eigenschaften von Cellulose-triacetat in Lösung

Materialforschung

Cellulose-triacetat (CTA) repräsentiert ein Cellulose-derivat (Fig. 1), welches am Markt eine wachsende Akzeptanz findet und in verschiedenen Applikationsfeldern zum Einsatz kommt:

- als Schutzfilm für LCD-Monitore,
- als Fotofilmunterlage und
- als Beschichtungsmittel und Komposit.

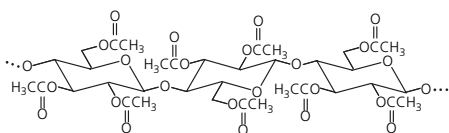


Fig. 1: Chemical structure of Cellulose-triacetate.

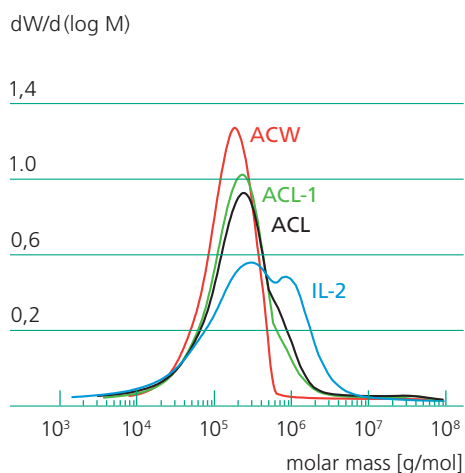


Fig. 2: Molar mass distribution of commercial CTA samples.

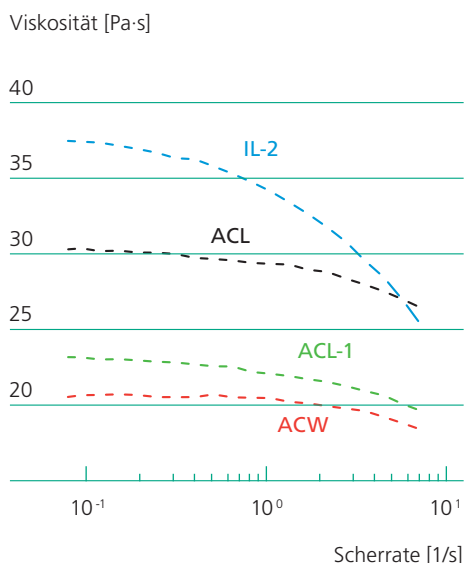


Fig. 3: Flow behavior of CTA solutions in Dichloromethane/Methanol, 14 wt-%.

- Abtrennbarkeit von Partikeln (Größe, Struktur der Partikel)

Folieneigenschaften:

- hohe Weiterreißfestigkeit
- hohe Transmission
- niedrige Restfeuchte
- Farblosigkeit
- hohe Dehnbarkeit

Polymerstruktur und Charakterisierung der Lösung

Ein Substitutionsgrad von nahezu 3,0 wurde durch ^{13}C -NMR-Spektroskopie bei den untersuchten Produkten nachgewiesen. Die speziellen Methoden HP-GPC-MALLS und die statische Laserlichtstreuung lieferten Informationen zur Kettenlängen- bzw. Molmassenverteilung und zum Partikelanteil in Lösungen von CTA-Produkten. Die CTA-Produkte wiesen eine breite Molmassenverteilung auf; der größte Anteil der Molmassen wurde in der Größenordnung von 10^5 g/mol bestimmt (Fig. 2). Ein Anteil $< 1\%$ hatte Molmassen im Bereich von 10^6 bis 10^7 g/mol. Dieser Anteil konnte durch Membranfiltration nicht vollständig separiert werden. Mittels statischer Laser-Lichtstreuung wurden ebenfalls enthaltene Partikel nach Filtration nachgewiesen. Bei vergleichbaren Bedingungen in der Lösungsherstellung erzeugten die Produkte sehr unterschiedliche Viskositäten (Fig. 3), die demzufolge unterschiedliche Filtrierbarkeiten und Verarbeitungseigenschaften aufwiesen. Für alle untersuchten Proben wurde mittels Oszillationsrheologie ein sehr guter Lösungszustand, $G'' > G'$, nachgewiesen. Die Scherstabilität blieb bis zu 100 Pa erhalten. Kommerzielle CTA-Produkte konnten für die Herstellung von Filmen für LCD-Monitore verifiziert werden.

Gewünschte Produkteigenschaften

Eigenschaften des Ausgangsstoffes:

- Acetylierungsgrad nahe 3,0
- enge Molmassenverteilung
- relativ hohe Molmasse
- gute Löslichkeit

Verarbeitung:

- möglichst niedrige Viskosität
- Filtrierbarkeit der Gießlösungen

Solution properties of cellulose triacetate

Materials research

Cellulose triacetate (CTA) represents a class of cellulose derivatives (Fig. 1) used in a wide range of industrial applications as for example:

- protective film for LCD screens,
- photographic film base
- coating material in various industries.

Due to the peculiar film properties of CTA, these materials find wide applications when desired mechanical and especially optical properties are obtained. The manufacture of CTA films is carried out by dissolution of CTA flake in the solvent dichloromethane/methanol [90/10] at concentrations between 10 and 20% and following casting and drying. The film performance is closely related to the properties of the flake like molecular composition (chain length, molar mass distribution, amount of high molecular components and amount of particles) as well as rheological properties of casting solution to get filterability and optimal processability.

Required product properties

- CTA flake
 - degree of substitution nearly 3.0
 - low polydispersity
 - high molar mass
 - complete solubility

Processing

- low viscosity
- filtrability of casting solutions
- good particle separation

Film properties

- high tear strength
- high transmittance
- low water vapor uptake
- colorlessness
- high extensibility

Structure of polymer and solution

Several characterization methods of commercial flake samples in solutions have been applied. By the method ^{13}C -NMR spectroscopy the degree of substitution of about 3,0 was determined. The molar mass distribution and weight-average molar mass were obtained by HP-SEC-MALLS. The samples showed different polydispersity with molar masses of the main portion in the range of 10^5 g/mol (Fig. 2). A more or less small amount of very high molar mass substance was verified in the range of 10^6 – 10^7 g/mol. This amount could not be removed completely by filtration. The method static laser light scattering of diluted and concentrated solutions was involved to investigate the dissolution state. The presence of highly swollen particles after filtration was detected by this method too. Rheological properties of concentrated solutions like flow behaviour, frequency sweep and stress sweep were investigated in dependence on concentration. Viscosities of solutions of different samples with 14% concentration amounted to 20–40 Pa·s (Fig. 3). Investigated samples produced a solution state with higher viscous than elastic amount. The stability of solution was preserved up to the stress of about 100 Pa. Commercial CTA-flakes have been evaluated regarding their applicability for the production of LCD-films.

Kontakt



Dr. Waltraud Vorweg

Telefon : +49 (0) 331/5 68-16 09

waltraud.vorweg@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Island Polymer GmbH, Wolfen

AeroCell Projekt – Präparation und Charakterisierung von Aerogelen aus Cellulosecarbamatlösungen

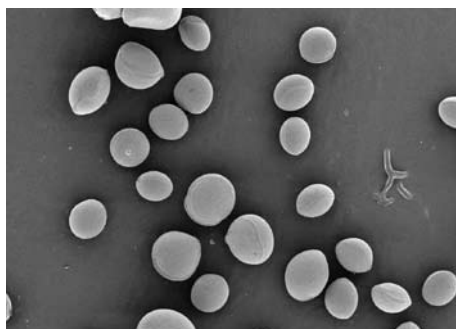


Fig. 1: SEM-micrograph of porous cellulose beads, formed by the JetCutting from a 5 wt% cellulose carbamate solution in caustic soda.

Aerogele repräsentieren Materialien mit einer geringen Dichte und einer offenen Porenstruktur, die sich durch eine große, spezifische, innere Oberfläche auszeichnen [1]. Die ersten Aerogele wurden hauptsächlich aus anorganischen Materialien hergestellt, aber auch organische, cellulosebasierte Materialien wurden eingesetzt und zeigten im Vergleich zu den spröden Siliziumaerogelen eine verbesserte Schlagzähigkeit [2]. Im AeroCell Projekt (zehn Partner aus fünf Ländern der EU) wird vom Fraunhofer IAP die Bildung von Aerogelen aus Cellulosecarbamatlösungen (CC) durchgeführt und damit die Präparationslinien der Projektpartner aus Alkali- und NMMO-Lösungen sowie aus Celluloseacetat ergänzt.

Die Gelbildung erfolgte in der CC-Route aus einer Lösung von 3 oder 5 % CC in 7,5 % Natronlauge in der Kälte. Nach der vorzugsweise thermischen Fällung bei 100 °C über 1 h ist das Carbamat praktisch völlig zersetzt.

Durch die Neutralisierung mit Essigsäure wird die gebildete Alkalicellulose zu Cellulose regeneriert, die anschließend mit Wasser gewaschen wurde. Für die Kritischpunkttrocknung erfolgte abschließend der schrittweise Austausch des Wassers gegen Ethanol oder Aceton. Alle diese Prozesse: die Neutralisierung, das Waschen und der Wasseraustausch sind durch die Diffusion der verschiedenen Medien in das Gel bestimmt und demzufolge für große Probenvolumina sehr zeitaufwändig. Diese Prozesse können somit beschleunigt werden, indem das Gel in Form von Perlen mit einem Durchmesser von ca. 500 µm hergestellt wird (Fig. 1).

Diese Formgebung erfolgte im JetCutting Prozess durch die geniaLab GmbH [3]. Abschließend wurden die Gele einer optimierten Kritischpunkttrocknung bei der NATEX GmbH [4] unterzogen, um das Schrumpfen während der Trocknung zu minimieren.

Die Charakterisierung der porösen Cellulose erfolgte im Fraunhofer IAP mit verschiedenen geeigneten Methoden wie der Quecksilber-Pososimetrie im Bereich der Makro- (Durchmesser $D > 50$ nm) und Mesoporen (50 nm $> D > 2$ nm) und der Stickstoffsorption im Bereich der Meso- und Mikroporen (2 nm $> D$). Diese beiden Methoden sind auf die Bestimmung offener Poren begrenzt. Zusätzlich erfasst die Methode der Röntgen-Kleinwinkelbeugung auch die geschlossenen Poren im Bereich der Makro- und Mesoporen (100 nm $> D > 2$ nm) und liefert somit das gesamte und damit vergrößerte Porenvolumen. Die CC-Aerogele zeichnen sich durch hervorragende Parameter des Porensystems aus wie beispielsweise einer typischen Dichte von 0.05 g/cm³, einer spezifischen Oberfläche von 160 m²/g im Bereich der Makro- und Mesoporen und von 400 m²/g im Bereich der Meso- und Mikroporen, gemessen mit der Quecksilber-Pososimetrie bzw. Stickstoffsorption.

Die Morphologie des Porensystems eines CC-Aerogels ist in Fig. 2 dargestellt. Diese Aufnahme wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop (JSM 6330F, JEOL) bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV angefertigt und zeigt den Kryobruch eines CC-Aerogels. Das Porensystem im Bereich der Makro- und Mesoporen stellt sich durch dünne Cellulosewände dar, die offene Poren bilden.

Zusammenfassend stellen wir fest, dass die Cellulosecarbamatlösungsroute ein effektives Verfahren ist, um hochporöse Celluloseaerogele mit viel versprechenden Eigenschaften für verschiedenartige Applikationen herzustellen.

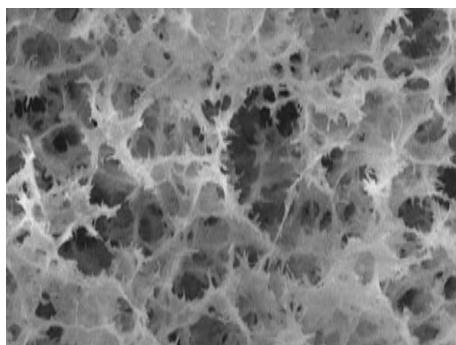


Fig. 2: SEM-micrograph of the cryo-fracture of a cellulose aerogel from a 3 wt% CC-solution after thermal precipitation.

AeroCell project – preparation and characterization of aerogels from cellulose carbamate solutions

Aerogels are a class of solid materials characterized by low density (more than 95% air) and an open pore structure with a large specific inner surface area [1]. The first aerogels were synthesized mainly from inorganic materials but organic, cellulose-based materials were also used and showed better impact strength than brittle silica aerogels [2]. In the AeroCell project (10 partners from 5 European countries), Fraunhofer IAP is producing cellulose aerogels from cellulose carbamate (CC) solutions, while the other partners are preparing aerogels from alkali and NMMO solutions and from cellulose acetate. In the CC route, gel formation was started from a solution of 3 or 5 % w/w CC in 7.5 % w/w caustic soda solution at low temperature. After thermal precipitation (preferred method) for 1 h at +100 °C, the carbamate was almost completely decomposed. Then the alkali cellulose formed was regenerated into cellulose by neutralization in acetic acid and the gel was thoroughly washed in water. Finally, for critical point drying, the water was exchanged stepwise with ethanol or acetone with increasing organic solvent concentration. All these processes (neutralization, washing and water exchange) are diffusion-controlled and therefore time-consuming for large volume samples. The processes can be shortened considerably by producing the gel in the form of beads with diameters of approximately 500 µm (Fig. 1). Aerogel beads were therefore prepared by geniaLab GmbH [3] using the jet cutting process. Finally, the gels underwent optimized critical point drying by NATEX GmbH [4] to minimize shrinkage during drying. Characterization of the porous cellulose was carried out at Fraunhofer IAP by various suitable methods, such as mercury intrusion in the macro- (diameter $D > 50$ nm) and mesopore (50 nm $> D$

> 2 nm) region and nitrogen sorption in the meso- and micropore (2 nm $> D$) region. Both methods are restricted to open pores. Additionally, small angle X-ray scattering (SAXS) in the macro- and mesopore region (100 nm $> D > 2$ nm) was used to give the total and therefore enlarged pore volume, including open and closed pores. The CC aerogels are characterized by excellent pore system parameters, e.g. typical density values of 0.05 g/cm³, a specific surface area of 160 m²/g in the macro- and mesopore region and of 400 m²/g in the meso- and micropore region, measured by mercury intrusion and nitrogen sorption, respectively. The morphology of the pore system of a CC aerogel can be seen in Fig. 2. This micrograph showing the cryofracture of a CC aerogel in liquid nitrogen was prepared with a scanning electron microscope (JSM 6330F, JEOL) at an acceleration voltage of 5 kV. A pore system in the macro- and mesopore range with thin cellulose walls and open pores was detected. In summary, we can say that the cellulose carbamate route is an effective way to produce highly porous cellulose aerogels with promising properties for a variety of applications.

Kontakt



Dr. Manfred Pinnow
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-18 14
manfred.pinnow@iap.fraunhofer.de

Dr. Hans-Peter Fink
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-1815
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Dr. Jürgen Kunze
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-1826
juergen.kunze@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Lenzing AG, Österreich
Ecole des Mines, Frankreich
LEPMI, Frankreich
SAFT, Frankreich
NATEX, Österreich
Novamont, Italien
geniaLab, Deutschland
COGNIS, Deutschland
UMIST, Großbritannien

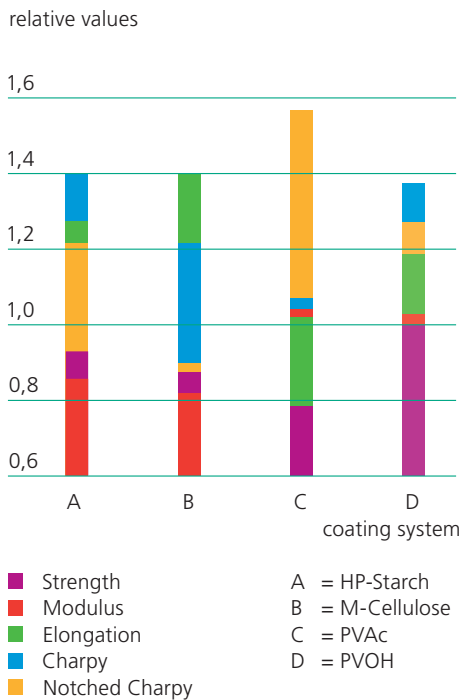
Förderung

Europäische Union 6. Rahmenprogramm
Projekt: AeroCell, Vertragsnr.: NMP3-CT2003-505888

Literatur

- [1] M. Hüsing, U. Schubert, *Angew. Chem.* 110 (1998) 22-47
- [2] C. Tan, B. M. Fung, J. K. Newman, C. Vu, *Adv. Mater.* 13 (2001) 644-646
- [3] geniaLab & BioTechnologie GmbH, 38118 Braunschweig, Germany
- [4] NATEX Prozesstechnologie GmbH, 2630 Ternitz, Austria

Rieselfähige Cellulose-Spinnfasern – Ideal für neue Verbundmaterialien



Hochfeste Cellulose-Spinnfasern, die normalerweise zur Verstärkung von Reifen eingesetzt werden (Cordenka 700), haben sich als geeignet für die Verstärkung einer Reihe von Commodity-Thermoplasten erwiesen [1-3]. Bei Polypropylen als Matrixmaterial wird ein Niveau der mechanischen Eigenschaften erreicht, das mit Kurzglas verstärktem PP vergleichbar ist, bei Vorteilen bezüglich Festigkeit und ungekerbter Schlagzähigkeit. Nachteile der Glasverstärkung wie hohe Dichte (2,5 g/cm³ gegenüber 1,5 g/cm³ für Cellulose), hohe Abrasivität an den Verarbeitungsmaschinen sowie schlechte Recyclierbarkeit und rückstandsbehaftete Verbrennungen werden überwunden.

Bislang stellte man die Compounds im Labormaßstab über einen zweistufigen Pultrusionsprozess her, bei dem die cellulosischen Endlosfasern ummantelt, geschnitten und in einem zweiten Extrusionsschritt homogen in der Matrix verteilt wurden [4]. Zur Vereinfachung dieser Technologie entstand nun in Zusammenarbeit mit dem Faserhersteller Cordenka ein einstufiges Verfahren, das auf der direkten Dosierung von Faserpellets in den Mischextruder beruht. Diese Faserpellets stellen das eigentlich Neue bei diesem Prozess dar, da kurzgeschnittene Cellulose-Filamentgarne ohne Pelletierung aufgrund ihrer geringen Schüttdichte und watteartigen Struktur nicht mit üblichen Techniken dosierbar sind. Deshalb wurden die Fasern vor dem Schneiden einer Schlichtebehandlung unterzogen, die den Faserzusammenhalt gewährleistet und eine Dosierung möglich macht. Diese Schlichte muss nun so gewählt werden, dass verschiedene, teilweise gegenläufige Forderungen erfüllt werden: a) Zusammenhalt der Fasern für die Formierung rieselfähiger Pellets, b) Öffnen der Pellets bis zur Einzelfaser

im Compoundiervorgang und c) keine negative Beeinflussung der Compositeneigenschaften.

Darüber hinaus kam aus technologischen Gründen nur ein wässriges Schlichtesystem in Frage. Erfolgreiche Versuche wurden mit den Systemen Stärke/Stärkederivate, Cellulosederivate, Polyvinylacetat, Polyvinylalkohol und Mischungen derselben durchgeführt. Als Beispiel ist die Morphologie der Pellets (Schnittlänge 4 mm) mit einer Polyvinylacetatschicht im Säulendiagramm dargestellt. Derartige Pellets können problemlos über herkömmliche Schneckendosierer dem Extruder zugeführt werden.

Die erfolgreiche Öffnung der Pellets während des Compoundiervorganges belegen elektronenmikroskopische Aufnahmen von Kryobrüchen der spritzgegossenen Prüfkörper wie in Fig. 2 für ein System mit Stärkeschicht und Polypropylenmatrix dargestellt. Die Fasern sind homogen verteilt und die erforderliche Haftvermittlung zwischen Matrix und Faser ist offensichtlich. Dies wird durch die mechanischen Kennwerte der Prüfkörper bestätigt. Das abgebildete Säulendiagramm zeigt relative Zugfestigkeiten, -moduli und -dehnungen sowie ungekerbte und gekerbte Schlagzähigkeiten nach Charpy für verschiedene Schichtesysteme im Verhältnis zur Referenzprobe (Zweistufenverfahren). Alle Schichtesysteme führen zu ausgezeichneten Ergebnissen. Offenbar lassen sich durch die Wahl des Systems die Grenzflächeneigenschaften gezielt beeinflussen, so dass insbesondere die gekerbten Schlagzähigkeiten im Vergleich zur Referenz noch weiter gesteigert werden können. Ein besonders ausgewogenes Eigenschaftsspektrum wird mit Polyvinylalkohol erreicht.



Fig. 1: Free flowing pellets from Cellulose man-made fibers with 4 mm cut length.

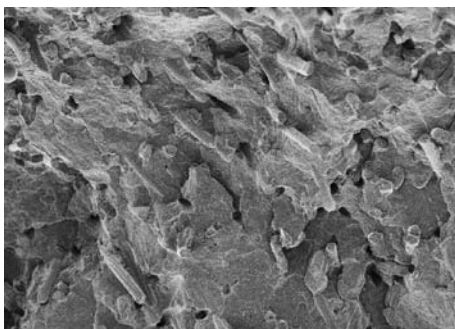


Fig. 2: Dispersion of cellulose fibres after pellet opening during compounding – SEM cryo fracture surface of injection moulded test specimen.

Free-flowing rayon fiber pellets – Ideal for novel composites

High-tenacity regenerated cellulose fibers normally used for tire reinforcement (rayon tire cord yarn, Cordenka 700) have proved suitable for reinforcing a number of commodity thermoplastics [1-3]. With a polypropylene (PP) matrix, mechanical properties are obtained that are generally comparable with those of short-glass-fiber-reinforced PP but offer advantages in terms of strength and notched impact behavior. The disadvantages of glass reinforcement, such as high density (2.5 g/cm³ vs. 1.5 g/cm³ for cellulose), abrasiveness to processing machinery and recycling/incineration problems, are overcome.

The compounds were previously manufactured by a two-stage pultrusion process, in which regenerated cellulose continuous filaments were coated, chopped and then homogeneously dispersed in the matrix in a second extrusion step [4]. To simplify this procedure, a one-stage process, which involves feeding short-cut-fiber pellets directly into the extruder, has been jointly developed with the fiber producer, Cordenka. These fiber pellets are the real novelty of this process, since short-cut regenerated cellulose filament yarns cannot be fed by the usual methods without pelletization because of their low apparent density and wadding-like structure. The fibers were therefore coated with a special size, before chopping, to ensure inter-fiber cohesion and allow pellet formation.

This size has to meet a number of partly contradictory requirements: a) inter-fiber cohesion to allow the formation of free-flowing pellets, b) pellet opening down to single filament level during compounding, and c) no adverse effect on composite properties. In addition, for technological reasons, only an aqueous sizing system could be considered.

Successful trials were conducted with starch/starch derivatives, cellulose derivatives, polyvinyl acetate, polyvinyl alcohol, and mixtures of these. By way of example, the morphology of 4 mm pellets with a polyvinyl acetate size is shown in Fig. 1. Such pellets can easily be fed into an extruder with conventional screw feeders. Successful pellet opening during the compounding process is verified by scanning electron micrographs of cryofractures in injection molded test specimens, as shown in Fig. 2 for a system with a starch size and polypropylene matrix. The fibers are distributed homogeneously and the required fiber adhesion to the matrix polymer is clearly evident.

This is corroborated by the mechanical properties of the composites. The bar graph shows the relative values obtained, with various sizing systems, for tensile strength, modulus, and elongation, as well as Charpy unnotched and notched impact strength, with respect to a reference sample from two-stage compounding. All sizing systems lead to excellent results. Obviously, the interfacial properties can be tailored through the choice of sizing system to achieve further improvement in relation to the reference sample, especially of notched impact strength. A particularly balanced property profile is obtained with a polyvinyl alcohol size.

Kontakt



Dr. Johannes Ganster

Telefon : +49 (0) 331/5 68-17 06
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Dr. habil. Hans-Peter Fink

Telefon : +49 (0) 331/5 68-18 15
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Finanzierung

Die Arbeiten wurden durch die Cordenka GmbH Obernburg finanziert.

Kooperation

Dr. K. Uihlein, B. Zimmerer, Cordenka GmbH Obernburg

Patent

J. Ganster, H.-P. Fink, K. Uihlein, B. Zimmerer: Rieselfähige Pellets auf Basis cellulosischer Spinnfasern, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung. DE 10 2004 045 711.5-26

Literatur

- [1] P. Weigel, J. Ganster, H.-P. Fink, J. Gassan, K. Uihlein: »Polypropylen-Cellulose-Compounds: Hochfeste Cellulosefasern verstärken Spritzgussteile« *Kunststoffe* 92(2002) S. 95-97
- [2] J. Ganster, H.-P. Fink, M. Pinnow: »High-tenacity man-made cellulose fibre reinforced thermoplastics – Injection moulding compounds with polypropylene and alternative matrices« *Comp. A*, in press, available online October 24th 2005
- [3] J. Ganster, H.-P. Fink: »Novel cellulose fibre reinforced thermoplastic materials«, *Cellulose*, in press, available online April 4th 2006
- [4] J. Gassan, R. Einsiedel, H.-P. Fink, P. Weigel 2003. Profiled part and aggregates for making same. WO 03/033227

Funktionale Polymersysteme
Functional polymer systems



- Funktionale Polymersysteme
Functional Polymer Systems
- Farbstoffdotierte Polymere
zur effektiven Nutzung von Solarenergie
*Dye-doped polymers for effective
use of solar energy*
- Triblockcopolymere mit n- und p-halbleitenden
Sequenzen für die organische Photovoltaik
*Synthesis of triblock copolymers with n- and
p-semi-conducting sequences for
organic photovoltaics*
- Oberflächen mit hoher NH_2 -Dichte
Surfaces with high NH_2 density
- Ionische Self-Assembly Komplexe
für Anwendungen in der Optik
*Ionic self-assembly complexes for
optical applications*
- Thermochrome Duromere für
den Maschinenbau
*Thermochromic thermosetting polymers for
the machinery manufacturing industry*
- Mesomorphe Blockmoleküle
Mesomorphic block molecules



Funktionale Polymersysteme

Materialien

Halbleitende Materialien

Die Entwicklung neuer konjugierter halbleitender Polymermaterialien ist die Voraussetzung für neue Polymer-elektronische Bauelemente. Besondere Kompetenz wurde dabei insbesondere für Poly-3-alkylthiophene und verschiedene heterocyclische konjugierte Polymere, daneben aber auch für Polyfluorene und Polyphenylenvinylene, erworben. Dafür werden verschiedene Polymerisationstechniken, wie Polykondensation, Polyaddition, ionische und radikalische Polymerisation sowie Kohlenstoff-Kohlenstoff-Verknüpfungstechniken eingesetzt. Durch Copolymerisation verschiedener Monomerbausteine können die resultierenden elektrischen und optischen Eigenschaften hinsichtlich optischem Bandgap, Lage der Energieniveaus, Brechzahl, Maximum der Absorption und Photolumineszenz angepasst werden. Durch entsprechend funktionalisierte Polymere können diese durch thermische oder photochemische Initiierung so vernetzt werden, dass dadurch eine Stabilisierung abgeschiedener dünner Filme gegenüber nachfolgenden Prozessschritten erreicht, wichtige Eigenschaften dieser Filme ortsaufgelöst verändert oder auch eine Photostrukturierung ermöglicht werden kann. Die Verarbeitung der Polymere erfolgt dabei vorwiegend aus der Lösung zu dünnen Filmen. Bei Unlöslichkeit oder schlechter Löslichkeit der Polymere werden diese zu wässrigen Dispersionen im Nanometerbereich und anschließend zu dünnen Filmen verarbeitet.

Thermotrope Materialien

Die Entwicklung neuer thermotroper Flüssigkristalle ist eine Voraussetzung

für anisotrop strukturierte ultradünne Filme mit komplexen optischen Eigenschaften. Die Arbeiten konzentrieren sich auf thermotrope und diskotische Flüssigkristalle, glasbildende und vernetzbare Mesogene, lyotrope Systeme und lichtemittierende Flüssigkristalle. Dabei steht die Entwicklung effizienter mehrstufiger Synthesesequenzen, insbesondere unter dem Aspekt der Überführung in die Produktion und den Vertrieb in Kooperation mit geeigneten Industriepartnern sowie die Analyse der flüssigkristallinen Eigenschaften im Mittelpunkt der Arbeiten. Die neuen Flüssigkristalle werden zu dünnen (nanostrukturierten) anisotropen Filmen verarbeitet. Die technologischen Schritte sind Filmpräparation mittels spincoating (perspektivisch auch Drucktechniken), anisotrope Orientierung der Filme, permanente Fixierung der Orientierung im Glaszustand und/oder Photovernetzung.

Thermochrome Materialien

Thermochrome Materialien, die in Abhängigkeit der Temperatur irreversibel oder reversibel ihr optisches Verhalten ändern, werden für neue Anwendungen in der Solartechnik benötigt. Bei diesen Polymerwerkstoffen läßt sich temperaturgesteuert sowohl die Farbintensität schalten als auch zielgerichtet zwischen determinierten Farben steuern. Demzufolge können thermochrome Schalteffekte zwischen zwei Signalfarben (blau-rot oder gelb-schwarz) oder auch stufengeschaltete Effekte (farblos-rot-gelb-grün) in einem vorgegebenen Temperaturprofil ermöglicht werden. Zu den Schwerpunkten der Entwicklungsarbeiten gehören z.B. farbselektive Thermochromie in Duromeren, Thermopolasten, Lacken einschließlich Gießharzsystemen und hochtransparenten Hydrogelen. Die Entwicklungskette umfasst die Präpa-

ration thermochromer Komposite und deren Dotierung in die Polymermatrix – unter Ausbildung separater Phasen oder neuer Strukturen – sowie bei Thermoplasten die Entwicklung einer entsprechenden Extrusionstechnologie.

Optische und holographische Funktionsmaterialien

Polymermaterialien mit photosensitiven Eigenschaften werden als optische Funktionsschichten in Flüssigkristalldisplays benötigt. Die speziell funktionalisierten Polymere, Polymerkomposite und photovernetzbareren Flüssigkristallmischungen lassen sich leicht verarbeiten und erlauben die Herstellung von Filmen unterschiedlicher optischer Funktionalität. Ein wesentlicher Schritt ist die Entwicklung multifunktionaler Polymere, um Schichten und Prozessschritte einzusparen. Insbesondere werden Materialien entwickelt, in die durch die Wechselwirkung mit polarisiertem Licht anisotrope Eigenschaften induziert werden. Weiterhin werden holographische Materialien zur Herstellung von Oberflächenreliefgittern auf Basis photochromer Polymere sowie Materialien zur Herstellung effizienter Volumengitter auf Basis von Polymer(nano)kompositen und reaktiver Monomermischungen entwickelt.

Applikationen

Polymerelektronische Bauelemente und Displays

Der organische Feldeffekttransistor (OFET) ist ein Grundbauelement der Elektronik und wird zukünftig in polymerelektronischen Schaltungen bis hin zum RFID Transponder angewendet werden. Durch die erfolgreiche

Entwicklung von konjugierten halbleitenden Polymeren konnten OFETs mit hohen Ladungsträgermobilitäten und kleine polymerelektronische Schaltungen aus passiven und aktiven Bauelementen entwickelt werden.

Im Bereich der organischen Leuchtdioden (OLED) steht die Erhöhung der Effizienz und der Leuchtstärke im Mittelpunkt der Arbeiten. Gleichzeitig wird durch neue Schichtsysteme und durch effiziente Kapselungsverfahren die Langzeitstabilität erhöht. Die technologische Entwicklung vom Layout bis zum verkapselten Device wird für polymere Leuchtanzeigen, Leuchtflächen und kleine Matrixdisplays beherrscht, so daß Anzeigen in unterschiedlichen Farben zur Verfügung stehen.

Optische Elemente

Optische Funktionselemente für flüssigkristalline Anzeigen (LCD) sind Polarisatoren, Farbfilter, Diffuser, Retarder und Aligning-Layer, welche mit Hilfe von anisotropen optische Funktionsschichten entwickelt werden. Diffraktiv-optische Elemente werden zum Lichtmanagement in LCD-Backlight-Systemen und Sensoren eingesetzt. Neue Komponenten für die Telekommunikation können z.B. mit holographischen Volumengittern realisiert werden. Für die integrierte Optik können damit Strahlteiler, Wellenleiter, Ein- bzw. Auskopplungselemente aufgebaut werden.

Die Entwicklung von optischen Sicherheitsmerkmalen zur Erhöhung der Fälschungssicherheit in Dokumenten wird ebenfalls mit funktionalen Schichten und Schichtsystemen erreicht. Weitere Anwendungsfelder sind doppelbrechende Filmkomponenten mit lichtmodulierenden Eigenschaften sowie polarisierter Lichtemission (Linear- und Zirkularpolarisatoren, cholesterische

Filme, Kompensationsfilme, Farbfilter) u.a. für optische Instrumentierung und Displays

Sensoren und Wandler

Durch elektrische Aufladung bzw. Polung von Polyvinylidenfluorid-, Polytetrafluorethylen und porösen Polypropylenfolien lassen sich elektrische Polarisierungen in den Materialien erzeugen oder auch Monoladungen in ihren Volumen und Oberflächen stabil speichern. Die elektrisch behandelten Polymerfolien zeigen starke piezo- und pyroelektrische Effekte und zeichnen sich durch stabile elektrische Potentiale aus. Als Elektretmaterialien stehen ferroelektrische Fluorpolymere und poröse Polytetrafluorethylen- sowie Polypropylenfolien zur Verfügung, die sich durch eine starke Piezoelektrizität und hohe Ladungsstabilität auszeichnen. Neben ihren Anwendungen als Drucksensoren und Schallwandler können Elektrete auch als Filtermaterialien mit erhöhter Effizienz und in der Medizin zur Wund- und Knochenheilung genutzt werden. Weiterhin werden Multielement-Wandler beliebiger Geometrien für Anwendungen in der Medizin, Luft- und Raumfahrt sowie Informationstechnik als applikationsspezifische Sensoren entwickelt.

Solarzellen und Solartechnik

Die Anwendung halbleitender konjugierter Polymere führte zur Entwicklung neuer organischer Solarzellen. Die Materialien und Schichtsysteme bestimmen die Effizienz dieser Zellen, das Absorptionsverhalten kann an das Sonnenspektrum angepasst werden. Neue n-halbleitende Polymermaterialien mit verbessertem Akzeptorverhalten und Elektronenmobilitäten sollen die Effizienz der organischen Solarzellen weiter

verbessern. Mit Fluoreszenzfarbstoffen dotierte Fluoreszenzkollektoren erhöhen ebenfalls die Effizienz von bereits bekannten Solarzellen. Sie absorbieren breitbandiges Licht, das durch den Fluoreszenzeffekt mit hoher Effizienz in längerwellige Strahlung gewandelt wird und an den Kanten der Kollektoren mit hoher Lichtverstärkung austritt. Die Hauptanwendungsgebiete der thermochromen Polymere sind auf solartechnische Anlagen und den Maschinenbau fokussiert. Für den Maschinenbau stellt die Korrelation mechanischer und tribologischer Materialparameter mit den thermochromen Eigenschaften gegenwärtig eine zentrale Herausforderung dar.

Spezifische Oberflächen

Das Anpassen der Oberflächeneigenschaften von Polymeren eröffnet den polymeren Materialien viele neue Einsatzbereiche. Die Aktivierung (= Oxidation) der Oberflächen macht es möglich, Polyethylenfolien zu bedrucken (Einkaufstüten), Polypropylen zu kleben (Chipkarten) und die Stoßstangen von Autos zu lackieren. Die chemische Zusammensetzung einer nur wenige Nanometer dicken Oberflächenschicht ist für diese Eigenschaften verantwortlich. Nanoskalige Funktionsschichten wirken als Diffusionsbarriere, sind effiziente antimikrobielle Ausrüstung oder robuster Träger weiterer Funktionen auf nahezu beliebigen Substraten. Mikrometer dicke Funktionsschichten schalten ihre Eigenschaften unter Einfluss von Licht. Mikrostrukturierte Oberflächen können vielfältige optische und mechanische Funktionen ausüben. Zur Unterstützung der Prozessentwicklung steht ein breites Spektrum moderner und leistungsfähiger Methoden zur Charakterisierung von Oberflächen und dünnen Schichten zur Verfügung.



Functional polymer systems

Materials

Semi-conducting materials

New, conjugated, semi-conducting polymer materials were developed for new polymer-based electronic components. Special expertise was acquired with poly-3-alkylthiophene and various heterocyclic, conjugated polymers as well as with polyfluorenes and polyphenylene vinylene. In this work, various polymerization techniques such as polycondensation, polyaddition, ionic and radical polymerization and carbon-carbon linking reactions were used. Through copolymerization of different monomer units, the resulting electrical and optical properties, such as the optical band gap, position of the energy level, refractive index, absorption maximum and photoluminescence can be tailored as required. By using suitably functionalized polymers, the new materials can be crosslinked by thermal or photochemical initiation to stabilize deposited thin films in subsequent process steps, effect localized changes in important properties of these films or perform photostructuring. These polymers are mainly processed from solution into thin films. If a polymer is insoluble or poorly soluble, an aqueous dispersion of the polymer in the nanometer range is prepared and then processed into thin films.

Thermotropic materials

New thermotropic liquid crystals are being developed for anisotropically structured, ultrathin films with complex optical properties. We are concentrating our activities on thermotropic and discotic liquid crystals, glass-forming and crosslinkable mesogens, lyotropic

systems and light-emitting liquid crystals. The core of this work involves the development of efficient, multi-stage synthesis sequences (with a view to scaling up to industrial-production level in collaboration with suitable industrial partners) and the analysis of liquid crystalline properties. The new liquid crystals are processed into thin (nanostructured) anisotropic films. The technological steps are film preparation by spin-coating (with printing technologies also in mind), anisotropic orientation of the films, permanently fixing the orientation in the glass state and/or photocrosslinking.

Thermochromic materials

Thermochromic materials, which change their optical behavior reversibly or irreversibly as a function of temperature, are needed for new applications in solar technology. With these polymer materials, it is possible, through temperature control, both to switch the color intensity and change between determined colors as required. Consequently, thermochromic switching effects between two signal colors (blue-red or yellow-black) or stepped switching effects (colorless-red-yellow-green) are possible within a specified temperature range. Development work is focusing on color-selective thermochromism in thermosets, thermoplastics, and coatings, including casting resin systems and highly transparent hydrogels. The development chain includes preparing thermochromic composites and doping them in the polymer matrix – so forming separate phases or new structures – and, in the case of thermoplastics, developing suitable extrusion technology.

Optical and holographic functional materials

Polymer materials with photosensitive properties are required as optical functional layers in liquid crystal displays. The specially functionalized polymers, polymer composites and photocrosslinkable liquid crystal mixtures can be readily processed, allowing the preparation of films with different optical functionality. A key step is the development of multifunctional polymers to save layers and process steps. In particular, materials are being developed, in which anisotropic properties are induced by interaction with polarized light. In addition, holographic materials for the production of surface relief gratings based on photochromic polymers and materials for the production of efficient volume gratings based on polymer nanocomposites and reactive monomer mixtures are also being developed.

Applications

Polymer-based electronic components and displays

Organic field effect transistors (OFET) are a basic component of electronics and in future will be used in applications ranging from polymer-based electronic circuits to RFID transponders. Through the successful development of conjugated, semiconducting polymers, it was possible to develop OFETs with high charge carrier mobilities and small polymer-based electronic circuits consisting of passive and active components. In addition, OFETs with different configurations are being built, their charge mobility studied and work carried out to improve the stability

of the circuits. In the area of organic light-emitting diodes (OLED), our work is centred on increasing efficiency and light intensity. At the same time, lifetime is being increased through new layer systems and efficient encapsulation processes. Technological development from the layout to the encapsulated device is being mastered so that displays are available in different colors.

Optical elements

Optical functional elements for liquid crystal displays (LCDs), such as polarizers, color filters, diffusers, retarders and aligning layers, are being developed with the aid of anisotropic optical functional layers. Diffractive optical elements are used for light management in LCD backlight systems and sensors. New components for telecommunications can be produced with, for example, holographic volume gratings. These can be used to build beam splitters, optical waveguides, and coupling/decoupling elements. Optical security features to increase anti-forgery protection in documents are also being developed using functional layers and layer systems. Other fields of application include birefringent film components with light-modulating properties and polarized light emission (linear and circular polarizers, cholesteric films, compensation films, color filters), etc. for optical instrumentation and displays.

Sensors and transducers

By electric charging and polarization of polyvinylidene fluoride, polytetrafluoroethylene and porous polypropylene films, electrical polarization can be produced in these materials or monocharges can be stably stored within their

volume and surfaces. Electric charging of polymer films is carried out by applying high voltages to a tip electrode to initiate a corona discharge, which produces electric charges and electrically charges the film. These electrically treated polymer films have strong piezo- and pyroelectric effects and stable electrical potentials. As electret materials, ferroelectric fluoropolymers and porous polytetrafluoroethylene and polypropylene films are available. These materials are characterized by strong piezoelectricity and high charge stability. In addition to their use as pressure sensors and acoustic transducers, electrets can also be employed as filter materials with enhanced efficiency and in medicine for wound and bone healing. In addition, multi-element transducers of any required geometry are being developed for medical and aerospace applications and for information technology as application-specific sensors.

Solar cells and solar technology

The use of semiconducting, conjugated polymers has led to the development of new organic solar cells. The materials and layer systems determine the efficiency of these cells and absorption behavior can be adapted to the solar spectrum. Newn-type semiconducting polymer materials with improved acceptor behavior and electron mobilities should further improve the efficiency of organic solar cells. Fluorescence collectors doped with fluorescent dyes also increase the efficiency of established solar cell designs. They absorb broadband light, which – through the fluorescence effect – is very efficiently converted into longer wave lengths and is emitted at the edges of the collectors with high light amplification. The main

fields of application for thermochromic polymers are solar energy systems and machine construction. A crucial challenge for use in machine construction at the present time is the correlation between mechanical/tribological material parameters and thermochromic properties.

Specific surfaces

Modifying the surface properties of polymers opens up many new applications for polymer materials. Surface activation (= oxidation) makes it possible to print polyethylene films (retail bags), bond polypropylene (chip cards) and paint car bumpers. The chemical composition of a surface layer only a few nanometers thick is responsible for these properties. Nanoscale functional layers act as diffusion barriers, have an effective antimicrobial action and are robust carriers of other functions on virtually any substrate. Micron-thick functional layers can change their properties under the influence of light. Microstructured surfaces can perform many different optical and mechanical functions. To support process development, a wide spectrum of efficient, modern methods is available for characterization of surfaces and thin layers



Forschungsbereich Funktionale Polymersysteme – Anwendungen und Dienstleistungen

Kontakt



**Forschungsbereichsleiter
Funktionale Polymersysteme
Dr. Armin Wedel**
Telefon : +49(0)331/5 68-19 10
Fax : +49(0)331/5 68-39 10
armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Physikalisch aktive Polymere

Dr. habil. Rudi Danz
Telefon : +49(0)331/5 68-19 15
Fax : +49(0)331/5 68-39 15
rudi.danz@iap.fraunhofer.de

Polymere und Elektronik

PD Dr. habil. Silvia Janietz
Telefon : +49(0)331/5 68-12 08
Fax : +49(0)331/5 68-39 10
silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

Oberflächen

Dr. Andreas Holländer
Telefon : +49(0)331/5 68-14 04
Fax : +49(0)331/5 68-30 00
andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

Polymerphotochemie

PD Dr. habil. Joachim Stumpe
Telefon : +49(0)331/5 68-12 59
Fax : +49(0)331/5 68-32 59
joachim.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
arno.seeboth@iap.fraunhofer.de

Optische Funktionsmaterialien

PD Dr. habil. Dietmar Janietz
Telefon : +49(0)331/5 68-11 50
Fax : +49(0)331/5 68-39 10
dietmar.janietz@iap.fraunhofer.de

Materialien – Synthese und Verarbeitung von:

- halbleitenden Polymeren
- elektrolumineszierenden Polymeren
- photolumineszierenden Polymeren
- photochromen Polymeren
- piezoelektrischen Polymeren
- flüssigkristallinen Polymeren
- thermochromen und elektrochromen Polymeren

Funktionselemente

- anisotrope Schichten
- optische Datenspeicher
- Orientierungsschichten für Flüssigkristalle
- holographisch erzeugte Oberflächenrelieffitter
- Laserstäbe für die Messtechnik
- spektrale Lichtwandler
- Lichtsender und -empfänger
- polymere Elektrete für Wandler und Ladungsspeicher
- Barrierschichten für flexible Displays

Bauelemente

- polymere Leuchtdioden (PLED)
- Passiv-Matrix Displays
- Flüssigkristall Displays
- Feldeffekttransistoren
- polymere Dioden
- einfache polymere, elektronische Schaltungen
- piezoelektrische Sensoren

Oberflächentechnik

- Kopplung von biologisch aktiven Substanzen auf polymeren Oberflächen
- hydrophile oder hydrophobe Oberflächen
- klebstofffreies Verbinden
- Ultrabarrieren
- funktionale Beschichtungen
- Oberflächen- und Dünnschichtanalytik

Weitere Beispiele

- biozide Oberflächen für Folien oder Textilien
- wasserabweisende Textilien
- strukturierte Aktivierung von Oberflächen
- photobiozide Beschichtungen
- Fluoreszenzschichten für die Sensortechnik
- Charakterisierung der chemischen Struktur, der Topographie und makroskopischer Eigenschaften

Research division functional polymer systems – applications and services

Materials – Synthesis and Processing of

- semiconducting polymers
- electroluminescent polymers
- photoluminescent polymers
- photochromic polymers
- piezoelectric polymers
- liquid crystalline polymers
- thermochromic and electrochromic polymers

Functional Elements

- anisotropic layers
- layers for optical data storage
- photo alignment of layers
- holographically produced surface relief gratings
- laser rods for spectral measurements
- spectral light converter
- lightsender and -receiver
- polymer electrets for charge storage
- barrier layers for flexible displays

Components

- polymer light emitting diodes (PLED)
- passive matrix displays
- liquid crystal displays
- field effect and bipolar transistors
- polymere diodes
- simple electronic circuits
- piezoelectric sensors

Surface technology

- coupling biologically active substances to polymer surfaces
- hydrophilic or hydrophobic surfaces
- adhesive-free bonding
- ultrabarriers
- functional coatings
- surface and thin film analysis

More Examples

- biocidal surfaces for films and textiles
- water-repellent textiles
- preparation of textiles for dyeing
- photobiocidal coatings for disinfection
- fluorescent layers for sensor technology
- characterization of chemical structure, topography and macroscopic properties

Contact



Division director
Funktional polymer systems
Dr. Armin Wedel
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-19 10
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10
 armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Physically active polymers
 Dr. habil. Rudi Danz
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-19 15
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 15
 rudi.danz@iap.fraunhofer.de

Polymers and electronics
 PD Dr. habil. Silvia Janietz
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-12 08
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10
 silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

Surfaces
 Dr. Andreas Holländer
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-14 04
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
 andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

Polymer photo chemistry
 PD Dr. habil. Joachim Stumpe
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-12 59
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-32 59
 joachim.stumpe@iap.fraunhofer.de

Chromogenic polymers
 Dr. Arno Seeboth
 Fon: +49 (0) 30 / 63 92 42 58
 Fax: +49 (0) 30 / 63 92 20 65
 arno.seeboth@iap.fraunhofer.de

Optical materials
 PD Dr. habil. Dietmar Janietz
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-11 50
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10
 dietmar.janietz@iap.fraunhofer.de

Farbstoffdotierte Polymere zur effektiven Nutzung von Solarenergie

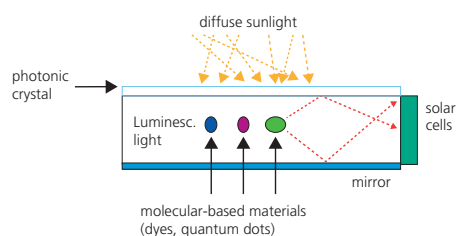


Fig. 1: Principle of the luminescent concentrator

x-axis = Excitation wavelength
y-axis = Luminescence intensity (arb. units)

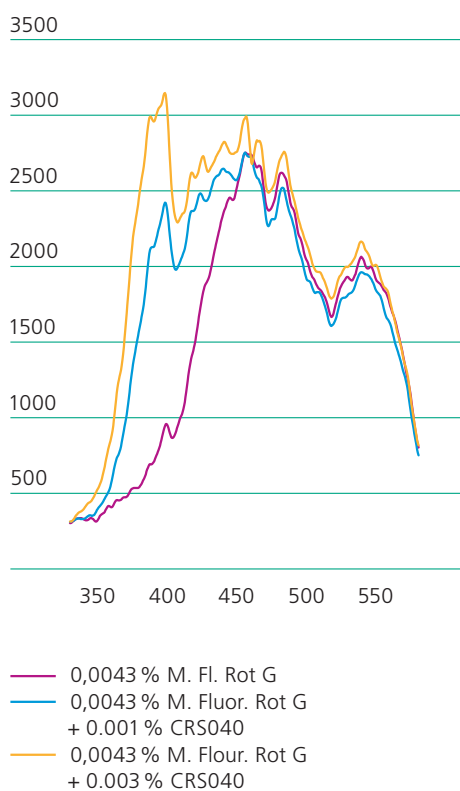


Fig. 2: Luminescence intensity at 600nm (emission of red dye Makrolex Fluor. Rot G [Bayer AG]) in dependence on the excitation wavelength and on the concentration of the second dye (Yellow CRS 040, [Radiant Colors])

Die Nutzung der Solarenergie für die Stromerzeugung (Photovoltaik) bleibt derzeit aus Kosten- und Effektivitätsgründen hinter ihrem Potential zurück. Zur Verbesserung dieser Situation könnten optimierte Fluoreszenzkollektoren beitragen. Im Rahmen eines EU-Projekts werden von uns und unseren Partnern Fluoreszenzkollektoren hergestellt und untersucht.

Ein Fluoreszenzkollektor besteht aus einer transparenten, mit fluoreszierenden Farbstoffen oder Partikeln dotierten Polymerplatte, an deren Schmalseite(n) sich Solarzellen befinden (Fig.1). Die Farbstoffe absorbieren das Sonnenlicht und emittieren ihrerseits Fluoreszenzlicht, das infolge der Reflexion an den Plattenoberflächen zu den Schmalseiten der Platte geleitet wird. Vorteile der Fluoreszenzkollektoren sind die Konzentration der absorbierten Solarenergie auf die kleinflächigen Schmalseiten, die Ausnutzung sowohl des direkten als auch des diffusen Sonnenlichts, die einfache Ausführung und die Möglichkeit durch geeignete Farbstoffe das Sonnenspektrum besser auszunutzen und das emittierte Licht an die Empfindlichkeitskurve der Solarzellen anzupassen.

Polymermatrix

Die Kollektormatrix muss eine möglichst große Transparenz im relevanten Spektralbereich aufweisen. Für eine Anzahl von Polymeren wurden durch thermische oder UV-Polymerisation Kollektorplatten hergestellt und vermessen. Sehr gute optische Eigenschaften besitzt das Copolymer aus 80% Laurylmethacrylat (LMA), 15% Methylmethacrylat (MMA) und 5% Ethylenglycoldimethacrylat (EGDM), das im Sichtbaren transparenter als Fensterglas und diesem im nahen UV ähnlich ist. Polymersysteme aus MMA, HEMA (Hydroxyethylmethacrylat) und

LA (Laurylacrylat) zeigen infolge übermolekularer Strukturen extrem unterschiedliche Transparenzen; bei kleinem LA-Gehalt sind sie im UV transparenter als P(MMA/HEMA) und das Acrylat-Polymer Plexit 55. Weniger geeignet ist das Polyurethan CC204. Manche Materialien mit guter UV-Transparenz zeigen bei ca. 390 – 450nm etwas geringere Transparenz als bei größeren Wellenlängen. Ob der dadurch bedingte Verlust den Gewinn durch die weiter ins UV-Gebiet reichende Durchlässigkeit überwiegt, hängt vom jeweiligen Kollektorsystem ab.

Kombinationen von Fluoreszenzfarbstoffen

Durch Kombination von Farbstoffen in einer Platte oder in einem Plattenstapel kann das Sonnenspektrum besser ausgenutzt werden. Figure 2 zeigt das am Beispiel von Platten mit zwei Farbstoffen: bei kurzweiliger Anregung ist die Fluoreszenzintensität der Vergleichsplatte (nur roter Farbstoff) viel kleiner als bei der Platte mit beiden Farbstoffen, d.h. nur diese nutzt diesen Teil des Sonnenspektrums. Die aus der Integration über die Anregungswellenlängen resultierende Gesamtintensität nimmt mit der Konzentration des gelben Farbstoffs deutlich zu. Versuche und Modellrechnungen mit einem Stapel aus einer roten und einer gelben Platte zeigten u.a., dass die Anordnung des Stapels bzgl. der Lichtquelle die erzeugte Stromstärke beeinflusst: sie ist um ca. 15 % größer, wenn die rote Platte der Lichtquelle zugewandt ist. Die Optimierung der Kollektorsysteme einschließlich des Einsatzes fluoreszierender Nanopartikel («Quantenpunkte»), die wegen ihrer optischen Eigenschaften und ihrer Lichtstabilität besonders interessant sind, ist Gegenstand weiterer Arbeiten.

Dye-doped polymers for effective use of solar energy

The use of solar energy for power generation (photovoltaics) is currently falling short of its potential for cost and efficiency reasons. Optimized luminescence collectors could help improve this situation. As part of an EU project with partners from other EU countries, we are preparing and studying luminescence collectors.

A luminescence collector consists of a transparent polymer sheet doped with luminescent dyes or particles, with solar cells attached to its narrow side(s) (Fig.1). The dyes absorb sunlight and emit luminescent light which, through reflection at the sheet surface, is trapped within the sheet and guided to the narrow sides. The advantages of luminescence collectors are: concentration of absorbed solar energy onto the small narrow sides, use of direct and diffuse sunlight, simplicity of design, and the possibility of selecting suitable dyes to make better use of the solar spectrum and match the emitted light to the sensitivity distribution of the solar cells.

Polymer matrix

The collector matrix must have the highest possible transparency in the relevant spectral range. Collector plates were produced from a number of polymers by thermal or UV polymerization, and their spectra were measured. The copolymer of 80% lauryl methacrylate (LMA), 15% methyl methacrylate (MMA) and 5% ethylene glycol dimethacrylate (EGDM) has very good optical properties, being more transparent than glass in the visible range and similar to glass in the near-UV. Polymer systems based on MMA, HEMA (hydroxyethyl methacrylate) and LA (lauryl acrylate) have extremely different transparencies owing to the formation of supramolecular structures. With small LA contents, these polymers

are more transparent in the UV range than P(MMA/HEMA) and the commercially available acrylic polymer Plexit 55. Polyurethane CC204 is an example for a less suitable polymer. Some materials with good overall UV transparency have slightly lower transparency at about 390 – 450 nm than at higher wavelengths. It depends on the collector system in question whether the loss due to this effect outweighs the benefit of transparency at UV.

Combination of luminescent dyes

By combining different dyes in one plate or in stacks of plates, the solar spectrum can be more effectively exploited. Figure 2 shows this for a plate with two dyes: with short-wavelength excitation, the luminescence intensity of the reference plate (only red dye) is much lower than that of the plate containing both dyes, i.e. only the latter plate uses this part of the solar spectrum. The total luminescence intensity obtained by integration over all excitation wavelengths increases considerably as the concentration of the yellow dye rises.

Experiments and model calculations using a stack with one red and one yellow plate show that the arrangement of the stack with respect to the light source affects the intensity of the electric current generated by the solar cells. It is about 15 percent higher with the red plate facing the light source.

The optimization of collector systems, including the use of luminescing nanoparticles (»quantum dots«), which are particularly interesting because of their optical properties and light stability, will be the subject of further work.

Kontakt



Dr. Andreas Büchtemann

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-19 18

Fax : +49 (0) 331 / 5 68-39 15

buechte@iap.fraunhofer.de

PD Dr. habil. Rudi Danz

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-19 15

Fax : +49 (0) 331 / 5 68-39 15

rudi.danz@iap.fraunhofer.de

Förderung

EU-Projekt »FULLSPECTRUM – A new PV wave making more efficient use of the solar spectrum«, Contract No.: 50 26 20

Stiftung Industrieforschung,
Forschungsvorhaben Nr. S640,
»Dotierung von Polymermaterialien«

Literatur

- [1] A. Goetzberger, W. Greubel, Appl. Phys. 14 (1977) 123
- [2] A. Luque et al., Solar Energy Materials and Solar Cells. 87 (2005) 467-479
- [3] A. Chatten, D. Farrell, C. Jermyn, P. Thomas, B. F. Buxton, A. Büchtemann, R. Danz, K. W. J. Barnham, Proc. 31st IEEE PVSC, Orlando (Florida), USA, Jan. 2. – 7., 2005

Triblockcopolymer mit n- und p-halbleitenden Sequenzen für die organische Photovoltaik

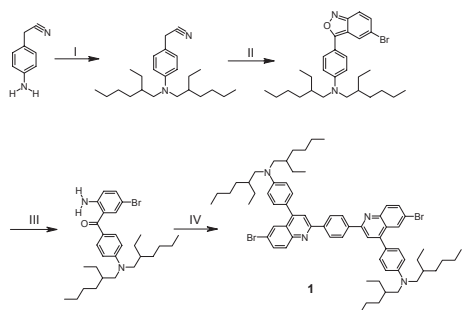


Fig. 1: Synthesis of quinoline 1 (I: NaHCO₃, 2-ethylhexylbromide (K₂CO₃, KI); II: 4-bromonitrobenzene, KOH; III: Fe, acetic acid; IV: bisacetylbenzene, diphenylphosphate)

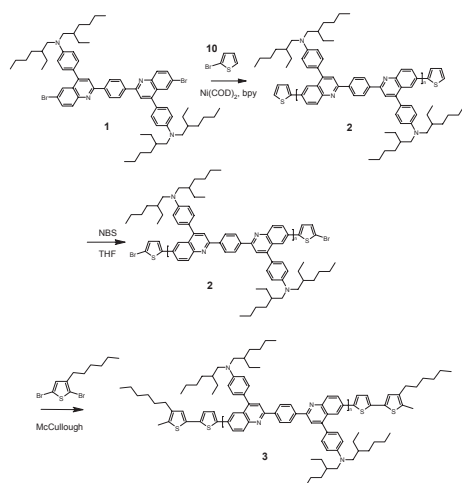


Fig. 2: Polymerization steps for triblock formation, quinoline block 2 by end-capping with 2-bromothiophene, McCullough polymerization of 3-hexylthiophene

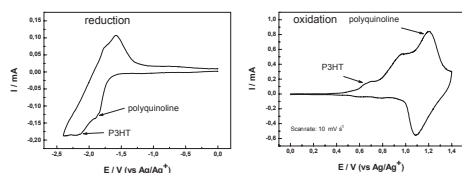


Fig. 3: Cyclic voltammograms of a film of triblock copolymer 3 on a glassy carbon electrode (reduction mode, 0.1 M Bu₄NBF₄ in acetonitrile, scan rate of 10 mV/s)

In der organischen Photovoltaik werden phasenseparierte Blends von typischen n- und p-halbleitenden Materialien eingesetzt. Die erfolgreichsten Zellen bestehen dabei aus Poly(phenylvinyle) oder Poly(3-hexylthiophen) als lichtabsorbierendem, lochtransportierendem (p-Typ) Material und PCBM als löslichem Fulleren mit starken elektronenanziehenden und -transportierenden (n-Typ) Eigenschaften [1-3]. Die Ladungstrennung erfolgt dabei an der Grenzfläche Polymer/PCBM. Deshalb ist eine definierte und stabile Phasenmorphologie entscheidend für effiziente Zellen. Der Beitrag des PCBM als Hauptbestandteil des Blends zur Lichtabsorption ist jedoch begrenzt. Deshalb sind starke elektronenaffine Polymere, die Licht absorbieren und die Funktion des PCBM in solchen Zellen übernehmen können, von großem Interesse. Leider zeigen solche Polymer/Polymer-Blends bisher nur geringe Effizienzen verglichen mit Polymer/PCBM-Blends [4-6].

Blockcopolymer sind ein neuer Lösungsansatz für eine geordnete Phasenmorphologie [7,8]. Blockcopolymer typischer n- und p-Typ-Monomere können solche geordneten Nanophasen, die für einen angepassten Ladungstransport genutzt werden können, bilden. Die Phasenstruktur wird dabei durch die kovalenten Bindungen zwischen den Blöcken in der Polymerhauptkette stabilisiert.

Das Ziel dieser Arbeit war die Synthese von Triblockcopolymeren, die aus einem n-Typ-Mittelblock und zwei ihn umgebenden p-Typ-Blöcken bestehen. Dazu wurde ein Chinolin als n-Typ- und 3-Hexylthiophen als p-Typ-Monomer eingesetzt. Zuerst war eine Polymerisation zu entwickeln, die die Herstellung des n-Typ-Blocks unter Kontrolle von Molmasse und Endgruppen gestattet. In einem zweiten Schritt waren dann die p-Typ-Blöcke anzuknüpfen. Mit einer früher

verwendeten Polykondensation [9] war eine Kontrolle der Molmasse und der Endgruppen ausgeschlossen. Daher wurde ein neues Dibrommonomer 1 synthetisiert (Fig. 1), das die Durchführung einer C-C-Kupplungsreaktion ermöglicht, die zur gleichen Struktur führt wie mit der Polykondensation. Die Molmasse und die Bildung der Endgruppen können durch ein monobromsubstituiertes Endcapping-Reagens kontrolliert werden. Durch das gewählte Verhältnis Endcapping-Reagens/Dibrommonomer wird die Molmasse bestimmt. Die erhaltenen Polyquinoline 2 tragen Thiophen-Endgruppen. Zur Anknüpfung der 3-Hexylthiophen-Blöcke ist eine Bromierung der Thiophen-Endgruppen von 2 ohne Degradation der Polyquinolinkette notwendig. Der p-Typ-Block wird dann durch eine McCullough-Polymerisation von 2,5-Dibrom-3-hexylthiophen in Gegenwart des vorgebildeten bromthienylierten Polyquinolins angeknüpft. Nach dieser Polymerisation wird ein Triblockcopolymer erhalten, das aus einer p-n-p Blocksequenz besteht. Durch die gewählte Struktur des Endcapping-Reagens kann sowohl eine konjugierte als auch eine nichtkonjugierte Verknüpfung der n- und p-Blöcke realisiert werden. Die UV-Spektren des Triblockcopolymer 3 zeigen die Absorptionsbanden des Chinolin- und des 3-Hexylthiophen-Blocks.

Durch Cyclovoltammetrie wurde gefunden, dass die Oxidation durch den Thiophen-Block und die Reduktion durch den Chinolin-Block bestimmt werden. In fortführenden Arbeiten soll die Phasenseparation und -morphologie der neuen Triblockcopolymer charakterisiert werden. Die detaillierte Kenntnis der Morphologie ist die Voraussetzung zur Herstellung optimierter photovoltaischer Zellen.

Synthesis of triblock copolymers with n- and p-semiconducting sequences for organic photovoltaics

The heterojunction organic photovoltaic cell consists of phase-separated blends of typical hole- and electron-attractive materials. The most successful cells are composed of poly (phenylenevinylene)s or poly (3-hexylthiophene) as the light-absorbing, hole-transporting (p-type) material and PCBM as a soluble fullerene with strong electron-accepting and electron-transporting (n-type) properties [1-3]. Charge separation takes place at the polymer/PCBM interface. A defined and stable phase morphology is therefore essential for an efficient cell. The contribution of PCBM, as the main blend component, to light harvesting of the cell is, however, limited. For this reason, strong electron-attracting polymers that harvest light and can assume the function of the fullerene in such cells are of considerable interest. Unfortunately, such polymer/polymer blends have until now shown low power efficiencies in comparison with polymer/PCBM blends [4-6].

Block copolymers represent a new approach to achieving a well-ordered polymer phase morphology [7,8]. Block copolymers of typical n-type and p-type monomers are able to form ordered nanophases, which can be used for optimized charge transport. The phase structure is stabilized by covalent bonds between the n-type and p-type blocks in the main polymer chain. The aim of this work was to synthesize triblock copolymers consisting of an n-type middle block sandwiched between two p-type blocks. Quinoline was chosen as the n-type and 3-hexylthiophene as the p-type monomer.

The first step was to develop a polymerization method for synthesis of the n-type block that allowed control of molecular weight and end groups. In a second step, the p-type blocks then had to be linked to the n-type block. In previous work [9], we synthesized

polyquinolines by polycondensation. Control of molecular weight and end groups was not possible with this technique. We therefore synthesized a new dibromo monomer 1 (Fig. 1) which can undergo a C-C coupling reaction, leading to the same structure as with polycondensation.

Molecular weight and end group formation can be controlled by a monobromo-substituted end-capping agent. Molecular weight is determined by the selected molar ratio of monobromo compound to dibromo monomer, as was confirmed by experimental SEC data. The polyquinolines 2 obtained carry thiophene end groups. To attach the 3-hexylthiophene block, bromination of the thiophene end groups of 2 was necessary without degrading the polyquinoline chain. The p-type block was attached by McCullough polymerization of 2,5-dibromo-3-hexylthiophene in the presence of the previously formed bromothiophene end-capped quinoline block. After this polymerization reaction, a triblock copolymer with a p-n-p block sequence was obtained. Depending on the selected structure of the end-capping agent, a conjugated or non-conjugated linkage between the n- and the p-type blocks can be created. The UV spectra of the triblock copolymer 3 show the absorption bands of both the quinoline block and the 3-hexylthiophene segment. It was found by cyclovoltammetry that oxidation is determined by the thiophene block and reduction by the quinoline segment. In continuing work, the phase separation and phase morphology of the new triblock copolymers will be characterized. Detailed knowledge of the morphology will then be the starting point for production of optimized photovoltaic cells.

Kontakt



Dr. habil. Hartmut Krüger

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-1920
hartmut.krueger@iap.fraunhofer.de

PD Dr. habil. Silvia Janietz

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-12 08
silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

Förderung

German BMBF im Rahmen des Projekts EKOS (03N2023B)

Literatur

- [1] S. E. Shaheen, C. J. Brabec, N. S. Sariciftci, F. Padinger, T. Fromherz, J. C. Hummelen, *Appl. Phys. Letters* 2001, 78(6), 841-843
- [2] V. D. Mihailetchi, J. K. J. van Duren, P. W. M. Blom, J. C. Hummelen, R. A. J. Janssen, J. M. Kroon, M. T. Rispens, W. J. H. Verhees, M. M. Wienk, *Adv. Funct. Mater.* 2003, 13(1), 43-46
- [3] H. Frohne, S. E. Shaheen, C. J. Brabec, D. C. Müller, N. S. Sariciftci, K. Meerholz, *Chem. Phys. Chem.* 2002, 9, 795-799
- [4] F. Zhang, M. Jonforsen, D. M. Johansson, M. R. Andersson, O. Inganäs, *Synthetic Metals* 2003, 138, 555-560
- [5] M. Onoda, K. Tada, *Current Appl. Phys.* 2003, 3, 141-147
- [6] R. Pacios, D.D.C. Bradley, *Synthetic Metals* 2002, 127, 261-265
- [7] T. Hayakawa, S. Horiuchi, *Angew. Chem.* 2003, 115(20), 2387-2391
- [8] S. Sun, *Solar Energy Materials & Solar Cells* 2003, 79, 257-264
- [9] H. Krüger, S. Janietz, D. Sainova, A. Wedel, *Macromol.Chem.Phys.* 2003, 204, 1607-1615

Oberflächen mit hoher NH₂-Dichte

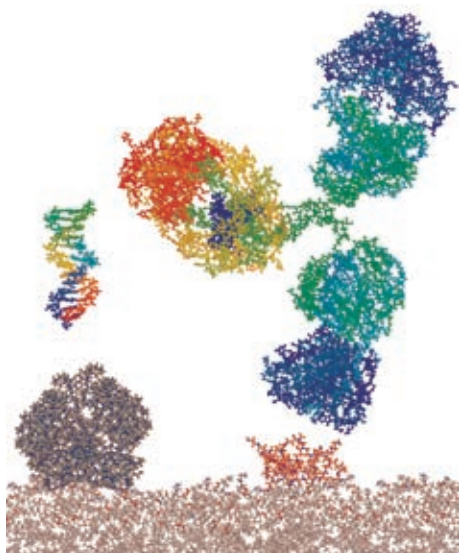


Fig. 1: PP surface oxidized and functionalized with DAE (all), PEI (left), 3rd generation dendrimer (left). For comparison: DNA fragment (24 base pairs, left), antibody (right).

x-axis = λ (nm)

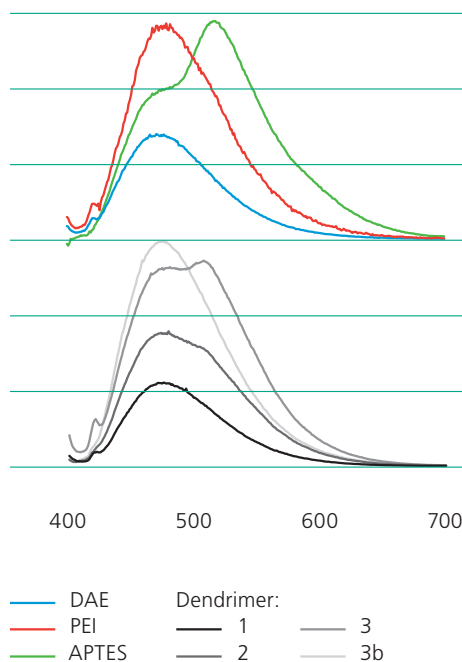


Fig. 2: Fluorescence spectra of different fluorescamin labelled amine surfaces. Fluorescence spectra of fluorescamin labelled dendrimers, the numbers indicate the generations, in generation 3b a long diamine was used.

Amino-Oberflächen für die Biologie

Bei vielen mikrobiologischen Techniken spielen funktionalisierte Oberflächen eine zentrale Rolle. So werden DNS-Fragmente auf Biochips gebunden, mit Hilfe von magnetic beads zu analysierende Substanzen oder mit Polymerpartikeln ganze Zellen aus Lösungen abgetrennt. Zu den wichtigsten Funktionalgruppen zählen Amine. Sie können auf Polymeroberflächen in unterschiedlicher Konzentration und Struktur hergestellt werden (Fig. 1).

Analyse

Die Kenntnis der Funktionalgruppenkonzentration ist wichtig, um die Bindungskapazität aber auch die Dynamik der Bindung der Biokomponente zu charakterisieren. Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) gestattet u. a. eine Elementaranalyse der Oberfläche. Elemente und Funktionalgruppen mit Konzentrationen von mindestens 100 pmol/cm² können bestimmt werden. Damit können die Funktionalisierungsreaktionen verfolgt werden.

Die Markierung der Funktionalgruppen mit einem Farbstoff erlaubt es, zur Analyse die Fluoreszenzspektroskopie einzusetzen^[1]. Konzentrationen bis in den Bereich von 1 pmol/cm² sind so bestimmbar. Für die Analyse von Aminen wird Fluorescamin eingesetzt. Fig. 2 zeigt Spektren von Fluorescamin-markierten Oberflächen, die mit Diaminoethan (DAE), Polyethylenimin (PEI) und einer kondensierten Schicht von Aminopropyltriethoxysilan (APTES) ausgerüstet sind. Die größere Intensität der Fluoreszenz entspricht einer höheren Konzentration primärer Amine. Die langwellige Schulter oder das Zusatzsignal im Spektrum zeigen eine hohe lokale Dichte an.

Variable und hohe Dichte

Mit dem Aufbau eines Dendrimers kann die Konzentration von Funktionalgruppen und deren lokale Dichte eingestellt werden. Mit jeder Reaktionsstufe (Generation) wird die Anzahl der Funktionalgruppen an den Kettenenden größer. Durch die Länge der Segmente wird die Dichte der Kettenenden eingestellt. An einem Diamin/Acryloylchlorid-Dendrimer wurde dieses Prinzip demonstriert (Fig. 2). Als Ankergruppe an der Oberfläche wurde Diaminoethan gebunden. Die mit XPS bestimmte Stickstoffkonzentration von 1,8 at% bedeutet, dass 0,075 Gruppen/nm² vorhanden sind bzw. diese einen durchschnittlichen Abstand von 3,6 nm haben. Mit der Größe des Dendrimers steigt die Konzentration der Endgruppen und somit die Intensität der Fluoreszenz an. Schon in der 3. Generation ist im Fluoreszenzspektrum ein langwelliges Maximum zu sehen, das ein Indiz für eine hohe Dichte der Funktionalgruppen ist. Die Abstände zwischen den Gruppen sind < 500 pm. Wird in der 3. Generation ein längeres Diamin (bis-Amino-Oligoethylenglykol) gebunden, bei dem die Aminogruppen im Dendrimer mindestens 800 pm voneinander entfernt sind, ist die ursprüngliche Form der Bande zu erkennen. In beiden Fällen ist die Konzentration etwa gleich groß, die lokale Dichte jedoch verschieden. Die Eigenschaften der Oberfläche können somit genau den Erfordernissen einer Anwendung angepasst werden.

Dieses Beispiel verdeutlicht auch die Einheit von Synthese und Analytik auf Oberflächen, die für viele Entwicklungen, besonders im Bereich der Nanotechnologie, unerlässlich ist.

Surfaces with high NH₂ density

Amino-functionalized surfaces for biology

Functionalized surfaces are essential in many modern microbiological techniques. DNA fragments are immobilized on the surfaces of biochips (microarrays). Magnetic beads collect various substances from a solution. Functionalized polymer particles capture cells in a suspension to concentrate them for subsequent microbiological analysis. Amino groups can be prepared on polymer surfaces in a wide range of concentrations and in various structures, which makes them a very versatile starting point for immobilization reactions (Fig. 1).

Analysis

To analyze the surface binding capacity or understand the immobilization dynamics, we need to know the concentration of the functional groups. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) probes the surface of a solid and gives information about the concentration of elements. The minimum detectable concentration is about 100 pmol/cm². We can check whether a certain reaction runs as planned.

When a functional group is labeled with an appropriate dye molecule, we can use fluorescence spectroscopy, which is able to determine the group's concentration down to 1 pmol/cm² [1]. For analyzing amines, fluorescamine is a good label. Fig. 2 shows spectra of fluorescamine-labeled surfaces that have been modified with diaminoethane (DAE), poly(ethylene imine) (PEI), and a condensed layer of aminopropyl triethoxysilane (APTES). The higher fluorescence intensity corresponds to the higher concentration of primary amines.

The long-wavelength shoulder in the spectrum and the additional signal indicate a high local density.

Variable and high density

The synthesis of a dendrimer is a good way to tailor the concentration of a functional group and its local density separately. With each reaction step (generation), the number of end groups increases. The length of the segments determines the distance between the chain ends (i.e. their density).

We synthesized diamine/acryloyl chloride dendrimers to demonstrate this principle (Fig. 2). Diaminoethane was bonded to the surface as an anchor. Using XPS, we determined a nitrogen concentration of 1.8 at%, i.e. 0.075 groups/nm² or an average distance of 3.6 nm between two groups. The concentration of the NH₂ end groups increases with the number of dendrimer generations, which gives rise to a growing fluorescence intensity. In the fluorescence spectrum of the 3rd-generation dendrimer we found the additional signal indicating a high density of NH₂ groups. In this structure, the distance between two amino groups is < 500 pm. If we use a longer diamine, such as bis-amino-oligo(ethylene glycol), the amino groups are > 800 pm apart. In this case the fluorescence spectrum has the normal shape. Although, in both cases, the amine concentrations are about the same, their local densities differ. With this approach we can tune the properties of a surface to the specific needs of an application.

This example demonstrates the intensive interaction between synthesis and surface analysis, which is extremely important for successful developments in the field of nanotechnology.

Kontakt



Dr. Andreas Holländer

Telefon : +49(0)331/5 68-14 04
andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

Dipl.-Chem. (FH) Falko Pippig

Telefon : +49(0)331/5 68-14 07
falko.pippig@iap.fraunhofer.de

Literatur

[1] B. Ivanov, J. Behnisch, A. Holländer, F. Mehdorn, H. Zimmermann, »Determination of Functional Groups on Polymer Surfaces using Fluorescence Labeling« Surf. Interface Anal., 24 (1996) 257 – 262

Ionische Self-Assembly Komplexe für Anwendungen in der Optik

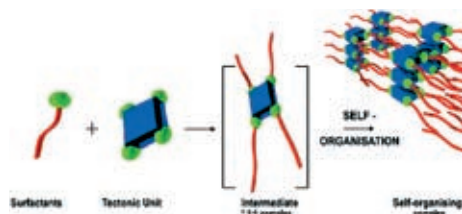


Fig. 1: Ionic self-assembly (ISA) process.

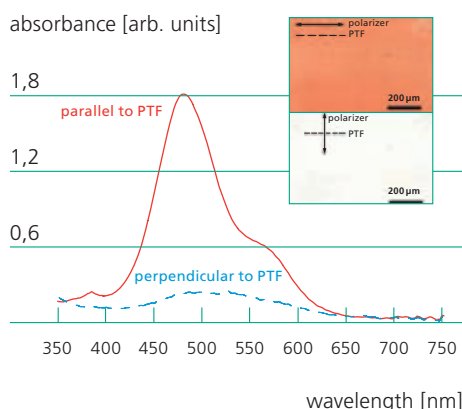


Fig. 2: Polarized visible absorption spectra and polarized images of a thin film of aligned perylene-based ISA complex.

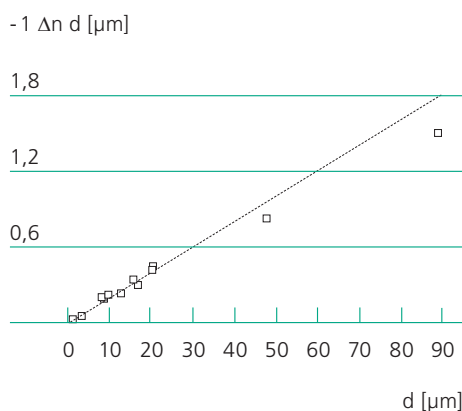


Fig. 3: Dependence of retardation on thickness of aligned benzene-based ISA complex.

Funktionsmaterialien auf Basis spontaner Selbstorganisationsprozesse infolge nichtkovalenter Wechselwirkungen und/oder Entropiefaktoren erreichen zunehmend Bedeutung in der Materialforschung. Die Bildung derartiger Komplexe kann auf Basis von H-Brückenbindungen, Metall-Koordinationen und Ladungsunterstützten H-Brückenbindungen erfolgen. Die ionische Selbstorganisation (ISA) stellt dafür einen neuen Lösungsweg dar ^[1]. Die Eigenschaften der ISA Komplexe können durch gezielte Wahl geladener Tenside und entgegengesetzt geladener funktionaler Strukturelemente in einfacher Weise eingestellt werden (Fig. 1). So entstehen Funktionsmaterialien mit breiter Eigenschaftsvariation. Weitere Vorteile dieser Komplexe bestehen in den guten Filmbildungseigenschaften und der hohen thermischen Stabilität. Die Anwendung dieser Materialien erfordert die Manipulation und gezielte Einstellung der makroskopischen Ordnung von Filmen bzw. entsprechender Festkörper. Darin besteht die eigentliche Herausforderung mit Hinblick auf die Anwendung für alle auf Selbstorganisation beruhenden Strategien.

Für die Bildung von ISA Komplexen wurden geladene Perylendiimid-Derivate als funktionale Strukturelemente verwendet ^[2]. Perylendiimide verkörpern eine technologisch bedeutsame und umfassend untersuchte Farbstoffklasse, die breite Anwendung in Pigmenten, organischen Dünnschichtpolarisatoren, organischen Halbleitern, Dünnschichttransistoren, Lasern, Solarzellen und OLEDs findet. Die Herstellung hochgeordneter Filme des Komplexes gelang durch kontrollierte Domainbildung an der Phasenübergangsfrent (PTF) flüssigkristallin – isotrop.

Die Perylendiimid-Einheiten sind in Säulen senkrecht zur PTF gepackt,

wodurch ein dichroitisches Verhältnis von 18 erreicht wird (Fig. 2). Weiterhin zeigen diese Materialien eine sehr hohe thermische Stabilität der Struktur. Diese und die Möglichkeit, die ISA Komplexe aus Lösungen herzustellen, begründen die Attraktivität und das hohe Potenzial zur Nutzung und Anwendung dieser Materialien in der Optik, z.B. für die Herstellung dichroitischer Filmpolarisatoren.

Mellitsäure (Benzolhexacarbonsäure)-basierte ISA Komplexe zeigen eine starke Tendenz zur spontanen Selbstorganisation bei moderater thermischer Behandlung ^[3]. Dabei ist der Alignment-Prozess nicht vom Substrat und der Substratvorbehandlung abhängig. Die orientierten Komplexe besitzen eine negativ homeotrop orientierte optische Achse mit $\Delta n = -0.02$. Die Einfachheit im Design, eine kostengünstige und einfache Synthese, die leichte Orientierbarkeit und ein breiter Retardationsbereich in Abhängigkeit von der Filmdicke (10 .. 1000 nm, Fig. 3) sind bemerkenswerte Vorteile dieser Materialien. Diese Komplexe könnten eine erste Anwendung als negative Kompensationsfilme zur Verbesserung des Blickwinkels in LC-Displays finden. Da das SAXS Diffraktogramm für dieses Material eine Reihe definierter, scharfer Interferenzen aufweist, könnte man sich außerdem vorstellen, aus Filmen dieses Komplexes kostengünstige Monochromatoren für Röntgenstrahlung herzustellen. Weitere ISA Systeme verschiedener Funktionalität werden gegenwärtig im Rahmen der Entwicklung funktionaler Filme mit besonders hoher Anisotropie optischer und elektrischer Eigenschaften getestet.

Ionic self-assembly complexes for optical applications

The design and construction of functional materials using self-assembly and self-organization processes, in which molecules spontaneously form supra-molecular aggregates as a result of non-covalent interactions and/or entropic factors, is becoming one of the primary frontiers of materials research. To form such complexes, several strategies, such as H-bonding, metal coordination and charge-assisted H-bonding, are available. The ionic self-assembly (ISA) strategy was shown to be a new additional pathway to achieve this goal [1]. The properties of ISA complexes, produced by the combination of charged surfactants and oppositely charged tectons (Fig. 1), can easily be tuned by careful choice of both moieties. In this way, functional materials with widely varying properties can be produced. Additional advantages of these complexes are good film-forming properties and high thermal stability. It is clear that to achieve targeted functionality and application of these materials, manipulation of structural and macroscopic order in films and bulk solids is required. This is a major challenge for all the self-assembly strategies, as each class of material needs an individual approach to its alignment.

Charged derivatives of perylenediimide were used as tectonic units in the formation of ISA complexes [2]. Perylenediimides are a technologically important and comprehensively studied dye class, widely used in pigments, organic thin film polarizers, organic semiconductors, thin film transistors, lasers, solar cells, and organic light-emitting diodes. Alignment of the material to yield highly ordered films of the complex was carried out by controlled domain formation at the phase transition front (PTF) of the liquid-crystalline – isotropic phase transition. In this case, a dichroic

ratio of 18 was achieved. The perylene-diimide tectons were packed in columns perpendicular to the PTF (Fig. 2). An added advantage of these materials is the very high thermal stability of the alignment. This high thermal stability and the possibility of preparation from solution make ISA complexes promising candidates for applications such as dichroic film polarizers.

Benzenehexacarboxylic acid-based ISA complexes show a strong tendency to spontaneous alignment after moderate thermal treatment [3]. The alignment properties do not depend on the nature or pretreatment of the substrate. The aligned complexes possess a negative, homeotropically oriented optical axis with $\Delta n = -0.02$. Simplicity of design, facile, low-cost synthesis, ease of alignment and broad retardation range in accordance with film thickness (10 .. 1000 nm, Fig. 3) are notable advantages of these materials. The first application of such complexes could be as negative compensation films to improve the viewing angle in liquid crystal displays. Since the SAXS diffractogram of this material shows a series of well-defined, sharp interferences, films prepared from the complexes could also be envisaged as possible candidates for low-cost X-ray monochromators. Further ISA systems with different functionalities are currently being studied in a project to develop functional films with exceptionally high anisotropy of optical and electrical properties.

Kontakt



PD Dr. habil. Joachim Stumpe
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 59
joachim.stumpe@iap.fraunhofer.de

Dipl.-Phys. Yuriy Zakrevskyy
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 59
yuriy.zakrevskyy@iap.fraunhofer.de

Dr. Charl F. J. Faul
Inorganic and Materials Chemistry, School of Chemistry, University of Bristol, Bristol BS8 1TS, UK

Kooperation

Inorganic and Materials Chemistry, School of Chemistry, University of Bristol, Bristol BS8 1TS, UK
Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Potsdam-Golm

Literatur

- [1] C. F. J. Faul and M. Antonietti, *Adv. Mater.* 15(9), 673, 2003.
- [2] Y. Zakrevskyy, C. F. J. Faul, Y. Guan, J. Stumpe, *Adv. Funct. Mater.* 14, 835, 2004.
- [3] Y. Zakrevskyy, B. Smarsly, J. Stumpe, C. F. J. Faul, *Phys. Rev. E* 71, 021701, 2005.

Patent:

Y. Zakrevskyy, C. F. J. Faul, J. Stumpe: Film forming photosensitive materials for the light induced generation of optical anisotropy, EP 05009865.6 (2005).

Thermochrome Duromere für den Maschinenbau



Fig. 1: Protected thermochromic composites.



Fig. 2: Samples of thermochromic thermosetting polymers possessing switching temperatures of 60°C.

Hochleistungsverbundwerkstoffe auf Duromerbasis ersetzen im Maschinenbau mehr und mehr die klassischen Polymerwerkstoffe, um den immer höheren Ansprüchen an die tribologische und thermische Belastbarkeit der verwendeten Materialien gerecht zu werden. Lokale mechanische Überbelastungen im Betrieb führen zum Entstehen von Oberflächenunebenheiten, die, wenn sie zu groß werden, einen Produktionsausfall verursachen.

Thermochrome Duromere können durch örtliche Farbänderungen unterschiedliche mechanische Belastungen der Bauteile anzeigen und somit eine kontinuierliche Kontrolle des Zustandes der Maschine während des Betriebes ermöglichen. Thermochrome Pigmente für diese Anwendung müssen bereits bei der Herstellung der Duromere in das Reaktionsharz eingebettet werden. Es ist daher erforderlich, dass sie sowohl gegenüber den monomeren Reaktionsharzkomponenten chemisch inert sind als auch eine ausreichende Stabilität im Aushärtungsprozess aufweisen.

Thermochrome Leukofarbstoff-Systeme – bestehend aus Farbstoff, Entwickler und Schmelzmittel – weisen eine hohe Farbintensität auf und können flexibel in ihrer Farbe und Schalttemperatur gestaltet werden. Für alle drei Komponenten dieser thermochromen Systeme sind geeignete Verbindungen kommerziell verfügbar. Der Farbumschlag von Leukofarbstoff-Systemen beruht auf einer am Schmelzpunkt stattfindenden reversiblen Ringöffnungs-Ringschließungsreaktion des Farbstoffes. Die damit verbundene Änderung der chromophoren Struktur führt zu einer sprunghaften Änderung der Absorptionswellenlänge. Die unterhalb der Schalttemperatur vorliegende, farbige,

ringoffene Struktur geht in eine farblose, ringgeschlossene Struktur über. Ein direkter Einsatz der Leukofarbstoff-Systeme im Duromer ist aufgrund ihrer unzureichenden chemischen Stabilität nicht möglich. Erst durch das Aufbringen von Schutzschichten, die das thermochrome Material wirksam von der reaktiven Matrix abschirmen, wird die notwendige chemische Stabilität erreicht. Fig. 1 zeigt eine Auswahl geschützter thermochromer Komposite. Für jedes thermochrome Komposit ist es erforderlich, ein spezifisches Schutzverfahren zu entwickeln. Schwerpunkt der Materialentwicklung ist der Temperaturbereich von 60 °C – 90 °C. Durch Ausnutzung von additiver und subtraktiver Farbmischung verschiedenfarbiger Pigmente mit Schalttemperaturen von 60 °C, 70 °C, 80 °C und 90 °C sollen Temperaturschwellen im Abstand von 10K angezeigt werden. Für die Schalttemperaturen 60 °C und 70 °C liegen erste Duromermuster mit den Farben rot, blau und grün vor. In Fig. 2 sind die entsprechenden bei 60 °C schaltenden Proben gezeigt. Darüber hinaus konnten durch Kombination jeweils zweier Pigmente mit unterschiedlichen Schalttemperaturen und Farben zweistufig schaltende Duromere hergestellt werden. Beispielsweise schaltet ein Duromer, in dem ein blaues bei 60 °C und ein rotes bei 70 °C schaltendes Pigment eingebettet sind, von violett (unterhalb 60 °C) über rot (60 °C – 70 °C) nach farblos (oberhalb 70 °C). Zur Erweiterung des detektierbaren Temperaturbereiches werden aktuell thermochrome Pigmente mit den Schalttemperaturen 80 °C und 90 °C entwickelt.

Thermochromic thermosetting polymers for the machinery manufacturing industry

The machinery manufacturing industry requires materials with improved thermal stability and tribological resistance. To meet these requirements, conventional polymers are increasingly being replaced by high-performance composite materials based on thermosetting polymers. Localized mechanical overstressing or non-uniform abrasion during machine operation can cause surface unevenness, which can eventually lead to production downtimes. Thermochromic thermosetting polymers can display localized mechanical overstressing of components by a color change in the stressed area and so allow continual monitoring of the machine condition during operation. For this application, the thermochromic pigments have to be incorporated in the reactive resin during thermoset manufacture. Suitable thermochromic pigments must therefore be chemically stable to the reactive resin monomers and also withstand the thermoset curing process. Thermochromic leuco dye systems – consisting of leuco dye, developer and solvent – possess high color intensity and allow flexible choice of color and switching temperature. For all three components of these thermochromic systems, suitable compounds are commercially available. The reason for the color change in leuco dye systems is a reversible ring-opening ring-closing reaction at their melting point. Ring opening is accompanied by considerable enlargement of the pi-electron system leading to a red shift of the absorption wavelength. The open ring form present in the solid state is colored, whereas the closed ring form present in the melted state is colorless. Direct use of thermochromic leuco dye systems in thermosetting polymers is not possible because of their inadequate chemical stability. Effective separation of the thermochromic material

from the reactive matrix is achieved by a protective coating. Fig. 1 shows three examples of coated thermochromic composites. For each thermochromic composite, a specific coating technique has to be developed. Our material development is focused on the temperature range 60 °C – 90 °C. By using additive and subtractive color mixing of different-colored pigments with switching temperatures of 60 °C, 70 °C, 80 °C and 90 °C, the aim is to display temperature differences in steps of 10K. For the switching temperatures 60 °C and 70 °C, the first samples of thermochromic thermosetting polymers with color changes from red to colorless, blue to colorless and green to colorless have already been developed. Fig. 2 shows a photograph of the samples switching at 60 °C. By combining two of these coated thermochromic composites, thermosetting polymers with two-step color switching are obtained. For example, a thermosetting polymer in which a coated thermochromic composite switching at 60 °C from blue to colorless is combined with one switching at 70 °C from red to colorless produces color changes from violet (below 60 °C) through red (60 °C – 70 °C) to colorless (above 70 °C). To enlarge the detectable temperature range, coated thermochromic composites with switching temperatures of 80 °C and 90 °C are currently being developed.

Kontakt



Dr. Detlef Löttsch

Telefon : +49 (0) 30/63 92-20 63
Fax : +49 (0) 30/63 92-20 65
detlef.loetzsch@iap.fraunhofer.de

Dr. Arno Seeboth

Telefon : +49 (0) 30/63 92-42 58
Fax : +49 (0) 30/63 92-20 65
arno.seeboth@iap.fraunhofer.de

Dr. Ralf Ruhmann

Telefon : +49 (0) 30/63 92-20 33
Fax : +49 (0) 30/63 92-20 65
ralf.ruhmann@iap.fraunhofer.de

Förderung

Bundesministerium für Bildung und Forschung, Förderkennzeichen 03X4003C
Bundesministerium für Wirtschaft und Arbeit, Förderkennzeichen 0329820E

Kooperation

8 Industriepartner europaweit

Patente

Erteilt: DE 103 39 442.0
»Thermochrome Polymerschicht und Verfahren zu deren Herstellung«, A. Seeboth, J. Kriwanek und D. Löttsch

Literatur

A. Seeboth, Chun Yin, J. Krivanek, D. Löttsch, and R. Schäper,
»Thermochromic Polyolefin Foils«, J. Appl. Polym. Sci. 96, 1789-1792 (2005)

Mesomorphe Blockmoleküle

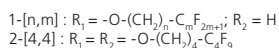
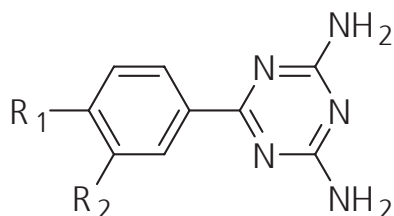


Fig. 1: Diamino substituted semiperfluorinated one-chain and two-chain 1,3,5-triazines 1 and 2.



Fig. 2: Optical texture of a binary mixture 1-[4,6]/2 at the transition from the Col_h phase to the Cub_{V2} phase (X1-[4,4] = 0.10) at 176 °C.

Organisierte weiche Materialien können, resultierend aus externer Stimulierung, dynamische Funktionen ausüben. Flüssigkristalle sind in diesem Zusammenhang ausgezeichnete Beispiele. Um Flüssigkristalle mit neuartigen Funktionalitäten zu realisieren, bedarf es der Entwicklung neuer und auch unkonventioneller Moleküle. Wir beschäftigen uns mit dem Design, der Synthese und der Analyse neuer Blockmesogene wie z. B. den aminosubstituierten, partiell fluorierten 1,3,5-Triazinen 1 und 2 (Fig. 1). Diese Verbindungen sind polyphile Dreiblock-Moleküle mit einem polaren aminosubstituierten Kern, einem flexiblen lipophilen Segment und einem fluorierten Block. Die partiell fluorierten einkettigen Triazine 1 bilden eine thermotrope lamellare (SmA) Mesophase. Röntgenuntersuchungen belegen, dass die Schichtabstände größer sind als die Moleküllänge, jedoch kleiner als die doppelte Länge. Daraus folgt eine interkalierte Doppelschichtstruktur. CPK-Modelle belegen, dass die d-Werte sehr gut mit einer antiparallelen Anordnung korrelieren, wobei die Moleküle partiell gegeneinander verschoben sind. Die polaren aromatischen Gruppen interdigitieren und die perfluorierten Ketten bilden eine separate Schicht.

Das zweikettige Triazin 2 bildet eine hochviskose, optisch isotrope Meso-

phase oberhalb des Schmelzpunktes. Auch Scheren der Proben führt nicht zur Induktion von Doppelbrechung. Kalorimetrische Untersuchungen belegen oberhalb des Schmelzpunktes einen weiteren Phasenübergang, bei dem die Viskosität stark abnimmt. Kristallisation und der Übergang vom flüssigen Zustand in die Mesophase können ca. 10 K unterkühlt werden. Diese Beobachtungen weisen auf die Existenz einer kubischen Mesophase mit dreidimensionalem Gitter hin.

Binäre Mischungen des Triazins 2 mit dem einkettigen Mesogen 1 wurden untersucht, um die kubische Phase im Detail zu untersuchen. Eine neue doppelbrechende Mesophase wird in einem breiten Konzentrationsbereich zwischen der SmA-Phase und der kubischen Phase der reinen Verbindungen induziert. Die optischen Texturen (Fig. 2) sind typisch für eine hexagonal-kolumnare Mesophase. Eine weitere kubische Phase wird bei hohen Konzentrationen der Verbindung 1 beobachtet. Die induzierte kubische Phase tritt zwischen der SmA-Phase und der inversen hexagonal-kolumnaren (Col_{h2}) Mesophase auf und sollte daher eine inverse bikontinuierliche Phase (Col_{v2}) sein, bestehend aus zwei interpenetrierten, aber nicht verbundenen Netzwerken verzweigter Zylinder.

Die Aggregate der kubischen Phase von 2 sind stärker gekrümmt als die zylindrischen Aggregate der induzierten kolumnaren Phase. Daher ist die kubische Mesophase der reinen Verbindung 2 eine inverse, diskontinuierlich mizellare Phase (Col_{v2}), aufgebaut aus spheroidischen inversen Mizellen. In Analogie zu inversen lyotropen Phasen wurde hier die Sequenz SmA – Cub_{v2} – Col_{h2} – Cub_{v2} realisiert, jedoch in einem lösungsmittelfreien binären System eines einkettigen semiperfluorierten Triazins mit einem zweikettigen fluorierten Triazin (Fig. 3).

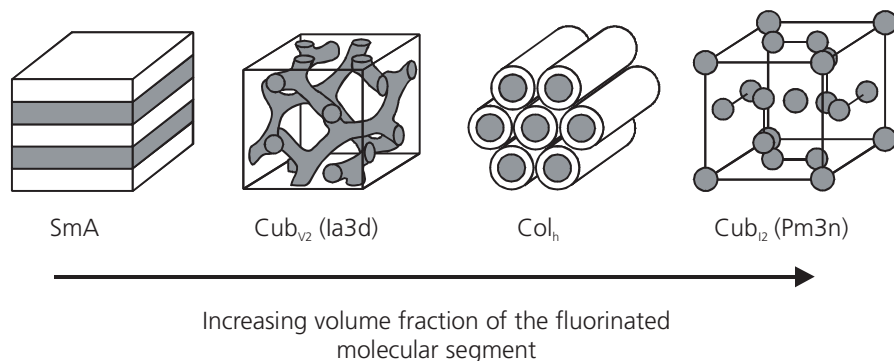


Fig. 3: The sequence of mesophase morphologies of binary mixed systems 1/2 depending on the volume fractions of the semiperfluorinated molecular segments.

Mesomorphic block molecules

Self-organized soft materials may provide dynamic functions resulting from external stimuli. Liquid crystals are exciting examples in this respect. To produce liquid crystals with novel functionalities, the development of new, unconventional molecules is required.

We are concerned with the design, synthesis and analysis of new block mesogens such as the amino-substituted, partially fluorinated 1,3,5-triazines 1 and 2 (Fig. 1). These compounds can be regarded as polyphilic three-block molecules composed of a polar, amino-substituted (hetero)aromatic rod-like core, a flexible, lipophilic molecular segment and a fluorinated block.

The partially fluorinated single-chain triazines 1 form a thermotropic lamellar (SmA) mesophase. As evident from X-ray diffraction, the layer spacings are larger than the molecular length but less than twice this length. An intercalated bilayer structure can therefore be assumed. As evident from CPK models, the d-spacings correlate well with an antiparallel alignment of the molecules, in which the molecules are partially offset with respect to each other. The polar aromatic groups are interdigitated, while the perfluorinated chains form a separate sub-layer.

The double-chain semi-perfluorinated triazine compound 2 forms a highly viscous, optically isotropic mesophase above the melting point. Even shearing the samples does not induce any birefringence. Calorimetric investigations reveal that above the melting point an additional phase transition occurs, which is accompanied by a sharp decrease in viscosity. The crystallization and transition from the liquid state to the mesophase can be supercooled by approximately 10 K. These observations point strongly to the existence of a cubic mesophase with a three-dimensional lattice.

To analyze the cubic phase of compound 2 in detail, binary mixtures of the triazine 2 with the single-chain mesogen 1 were investigated. A new, birefringent mesophase is induced within a broad concentration range between the SmA phase and the cubic phase of the pure compounds. The optical textures (Fig. 2) are typical of a hexagonal columnar (Col_h) liquid crystalline phase. An additional cubic phase appears in regions with a high concentration of compound 1 (Fig. 2). The induced cubic phase occurs between the SmA phase and the inverse hexagonal columnar (Col_{h2}) mesophase. It can therefore be concluded that this cubic phase is an inverse bicontinuous cubic phase (Cub_{v2}), consisting of two interwoven but non-connected networks of branched cylinders.

The aggregates forming the cubic phase of 2 are more strongly curved than the cylindrical aggregates in the induced columnar phase. The cubic mesophase of the pure compound 2 is, therefore, an inverse discontinuous micellar cubic phase (Cub₁₂) built up by closed spherical inverse micelles. In an analogy with inverse lyotropic phases of surfactant/solvent systems, the phase sequence SmA – Cub_{v2} – Col_{h2} – Cub₁₂ was obtained here, but in a solvent-free binary system of a single-chain, semi-perfluorinated triazine with a double-chain, fluorinated triazine (Fig. 3).

Kontakt



Priv.-Doz. Dr. Dietmar Janietz
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-11 50
Fax : +49 (0) 331 / 5 68-39 10
dietmar.janietz@iap.fraunhofer.de

Alexandra Kohlmeier
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-11 62
alexandra.kohlmeier@iap.fraunhofer.de

Förderung

Ministerium für Wissenschaft, Forschung und Kultur des Landes Brandenburg

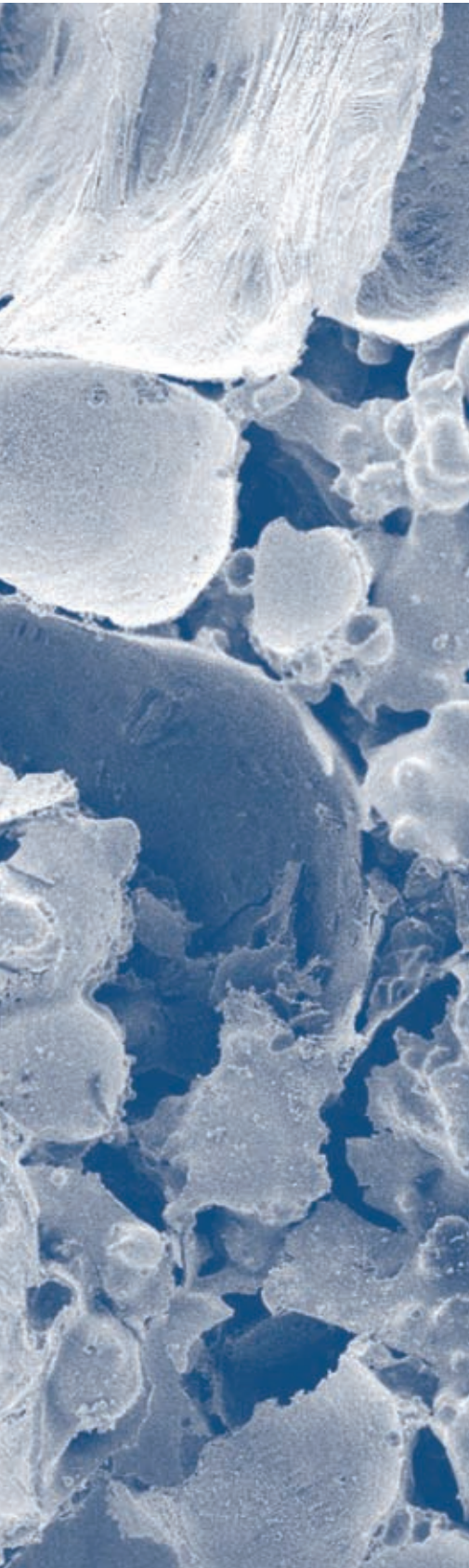
Kooperation

Institut für Physikalische Chemie, Martin-Luther-Universität Halle

Literatur

- [1] A. Kohlmeier, D. Janietz, »Hydrogen Bonded Threeblock Mesogens«, 8th European Conference on Liquid Crystals (ECLC 2005), Sesto, Italien, 27th February – 4th March 2005
- [2] A. Kohlmeier, D. Janietz, »Hydrogen-Bonded Threeblock Mesogens«, 33. Topical Meeting on Liquid Crystals, Arbeitstagung Flüssigkristalle, Paderborn, 16th-18th March 2005
- [3] A. Kohlmeier, D. Janietz, »Hydrogen-Bonded Polyphilic Block Mesogens with Semiperfluorinated Segments« Chem. Mater. 18 (2006) 59
- [4] A. Kohlmeier, D. Janietz, S. Diele, »Mesomorphic Block Molecules – Semiperfluorinated 1,3,5-Triazine Derivatives Exhibiting Lamellar, Columnar and Cubic Mesophases« Chem. Mater. 2006, in print

Synthese- und Polymertechnik
Synthesis and Polymer Technology



- Synthese- und Polymertechnik
Synthesis and Polymertechnologie
- Weiße Biotechnologie: Neue Wege zur Gewinnung von mono- und polymeren Verbindungen
White biotechnology: New ways to produce monomers and polymers
- Nanokomposite auf Basis verschiedener Matrixpolymere
Nanocomposites based on different matrix polymers
- Neue MF-Harzprodukte
Novel MF resin products

Synthese- und Polymertechnik

Weiße Biotechnologie: Nachhaltige Stoffgewinnung und Stoffwandlung

Biochemische Reaktionen sind durch hohe Regio- und Stereospezifität charakterisiert. In der kunststofferzeugenden Industrie besteht wachsendes Interesse dieses Potenzial auch materialwirtschaftlich zu nutzen, wobei die Attraktivität biotechnologischer Verfahren durch den darauf abgestimmten Einsatz biogener Rohstoffe zusätzlich erhöht wird. Auf diese Weise lassen sich durch Kombination von fermentativen mit chemischen Prozessen bei Einsatz nachwachsender Rohstoffe nachhaltiges Wirtschaften mit materialwirtschaftlichen Innovationen verbinden.

Bei Kunststoffen ist diese Entwicklung gegenwärtig am weitesten bei der Herstellung, Verarbeitung und Applikation von Poly-L-milchsäure fortgeschritten. Mit NatureWorks PLA (USA) und Hycail PLA (Niederlande) stehen seit ca. 3 Jahren thermoplastisch verformbare, biologisch abbaubare Kunststoffe für Container, Folien und Fasern auf Basis Poly-L-milchsäure zu Preisen von ca. 2 €/kg zur Verfügung. Im IAP wurden in Zusammenarbeit mit kompetenten Partnern aus den Bereichen Fermentation und chemische Anlagentechnik das Basic Engineering für eine Pilotanlage zur kontinuierlichen Herstellung von Poly-L-milchsäure erarbeitet, wobei im IAP die technologischen Grundlagen für die verfahrensessenziellen Schritte Oligomerisierung von L-Milchsäure, zyklisierende Depolymerisation zu L,L-Dilactid und Ringöffnungspolymerisation zum Polymeren geschaffen wurden.

Neben L-Milchsäure sind mittelfristig für technische Kunststoffe weitere biotechnologisch erzeugte bi- und höherfunktionelle Verbindungen als Monomere für Heterokettenpolymere oder Komponenten davon interessant. Dazu zählen vor allem 1,3- Propandiol, α,ω -Dirole, α,ω -Hydroxycarbonsäuren bzw. α,ω -Dicarbonsäuren höherer Methylengruppenzahl ($C_{12} - C_{22}$) sowie ungesättigte Dirole oder Dicarbonsäuren. Mit den marktverfügbaren Komponenten werden im IAP im Rahmen eines Vorlaufforschungsvorhabens mehrerer Fraunhofer-Institute gegenwärtig technologische Grundlagen für Syntheseverfahren erarbeitet und einsatzrelevante Materialeigenschaften der aus diesen Monomeren bzw. Komponenten hergestellten Polymeren zur Erschließung des Themenfeldes »Weiße Biotechnologie« ermittelt.

Nanokomposite – neue Polymermaterialien

Nanokomposite stellen eine neue Materialklasse im Kunststoffsektor dar, und sie werden Materialinnovationen in Zukunft entscheidend beeinflussen. Neue Eigenschaften und Funktionalitäten dieser Materialien werden dabei vor allem aus der Nanoskaligkeit der bzw. einer der Materialkomponenten generiert. Der hohe Oberflächenanteil von zur Wechselwirkung fähigen funktionellen Gruppen oder Atomen im Vergleich zum Volumen der Partikel oder Fasern bedingt, dass bei nanometrischen Materialien signifikante Ef-

ekte bereits bei geringen Konzentrationen beobachtet werden. Der erwartete breite Einstieg wird durch die Vielzahl der geeigneten Matrixpolymeren unterstützt. Nanokompositentwicklungen sind für die Mehrzahl technischer Kunststoffe bereits eingeleitet.

Im IAP werden vor allem Nanokomposite auf Basis von Heterokettenpolymeren wie Polyestern, Polyamiden und Polyimiden, mit Schichtsilikaten und Schichthydroxiden untersucht. Diese Polymeren unterstützen infolge ihrer chemischen Struktur mit polaren Kettenverknüpfungen die Exfoliation der interkalierten Nanofüllstoffe. Teilaromatische Polyester wie PET, PPT und PBT sowie Polycaprolactam (PA 6) und ein thermoplastisch verarbeitbares Polyetherimid (ULTEM 1000) sind unter verschiedenartigen, applikationsrelevanten Aspekten als Matrixkunststoffe in diese Nanokompositentwicklungen des IAP integriert. Für die Polyester sind vor allem Verbesserungen der Barriereigenschaften gegenüber CO_2 bzw. O_2 (PET) sowie Erhöhung von Zug- und Biegefestigkeit sowie Wärmeformbeständigkeit (PBT, PPT) vorrangige Entwicklungsziele. Für Polyamide und Polyimide werden durch Additivierung mit Nanopartikeln ebenfalls Optimierungen mechanischer und thermischer Materialeigenschaften angestrebt.

Für die Herstellung polymerbasierter Nanokomposite finden im IAP sowohl nichtreaktive Compoundierprozesse (ex situ Verfahren), als auch Verfahren mit Integration von Polymermatrix- bzw. Nanopartikelbildung (in situ Verfahren) Anwendung. Einen Schwerpunkt aller

FuE-Aktivitäten bilden Arbeiten zur Modifizierung der Schichtsilikate und Schichthydroxide, um deren Interkalation und Exfoliation zu erleichtern. Für technische Kunststoffe mit ihren hohen Schmelztemperaturen als Matrices werden vor allem thermisch stabilere organische Modifizierungskomponenten für die Herstellung geeigneter Organoclay's benötigt.

Melamin/Formaldehyd-Harze – Renaissance seit langem bekannter Polymerwerkstoffe

Duromere Werkstoffe erleben in den letzten Jahren in vielen Anwendungsbereichen infolge ihrer spezifischen Materialeigenschaften wie hoher Modul oder hohe Wärmeformbeständigkeit und ihrer ausgezeichneten Kompatibilität zu vielen anorganischen und organischen Füll- und Verstärkungsmaterialien eine bemerkenswerte Renaissance. Für den Einsatz in Reaktivharzverbundwerkstoffen wurden im IAP schmelzbare Melaminharze entwickelt, die in Kombination mit faserförmigen oder partikulären Füllstoffen analog Phenolharzen verarbeitet werden können. Aus Schmelze verformbare Melaminharze werden aus methylveretherten Melamin-Formaldehyd-Produkten durch Reaktivextrusion unter Abspaltung von Methanol und Formaldehyd synthetisiert. Möglich ist auch, diese schmelzbaren Melaminharze mit Polyolefinen reaktiv zu compoundieren. Dabei werden Werkstoffe erhalten, die aus einer Polyolefinmatrix und mikro- bis nanoskaligen Melaminharzpartikeln mit bis

$d < 100$ nm gebildet werden. Die Materialien sind durch Moduli von 2 – 3 GPa bei Zugfestigkeiten von 35 MPa und Bruchdehnungen von 2 – 8 % selbst bei Partikelkonzentrationen über 50 Masse-% gekennzeichnet.

Für die Schall- und Wärmedämmung in sicherheitsrelevanten Bereichen interessante Eigenschaften weist ein im IAP entwickelter Hartschaum mit Dichten von $0,08-0,11$ g/cm³ und Druckfestigkeiten von 0,8 MPa auf Basis von Melaminharzen auf. Die Wärmeleitfähigkeit entspricht mit $0,04$ W/m²K eingeführten Wärmedämmmaterialien. Der Schaum wird ohne Zusatz organischer Treibmittel hergestellt, und er ist infolge der Materialbasis auch ohne Flamm- schutzausrüstung nicht brennbar.

Synthesis and Polymer Technology

White biotechnology: sustainable production and processing of materials

Biochemical reactions are characterized by high regio- and stereospecificity. In the plastics manufacturing industry, there is growing interest in commercial exploitation of this potential. An additional attraction of biotechnological processes is their use of targeted biogenic raw materials. By combining fermentation techniques with chemical processes and using renewable resources, it is possible to achieve both sustainable business development and material innovations.

The most advanced example of this line of development in the plastics sector can currently be seen in the manufacture, processing and application of poly-L-lactic acid. For the last 3 years or so, melt-processable, biodegradable plastics based on poly-L-lactic acid have been supplied under the trade names NatureWorks (USA) and Hycail PLA (Netherlands) for the production of containers, films and fibers at a price of about 2 €/kg.

At the IAP, the basic engineering for a pilot plant for continuous production of poly-L-lactic acid was developed in collaboration with expert partners from the areas of fermentation and chemical plant engineering. The technological bases for the following essential process steps were established at the IAP: oligomerization of L-lactic acid, cyclizing depolymerization to L,L-dilactide and ring-opening polymerization to produce the polymer.

In addition to L-lactic acid, other biotechnologically produced bi- and higher-functional compounds are of interest for engineering plastics in the medium term as monomers for heterochain polymers or their components. These include, in particular, 1,3-propanediol, α,ω – diols, α,ω – hydroxycarboxylic acids, α,ω – dicarboxylic acids with higher methylene group numbers ($C_{12} - C_{22}$), and unsaturated diols or dicarboxylic acids. As part of a joint research project with several Fraunhofer institutes, the IAP is currently establishing the technological bases for synthesis processes, using commercially available components, and determining application-relevant material properties of the polymers produced from these monomers or components in order to open up the field of “white biotechnology”.

Nanocomposites – new polymer materials

Nanocomposites are a new material class in the plastics sector, which will have a crucial influence on material innovations in the future. With these materials, new properties and functionalities are generated mainly by nanoscaling the (or one of the) material component(s). The high surface content of functional groups or atoms capable of interaction in comparison with the volume of the particles or fibers means that significant effects are observed with nanometric materials, even at low concentrations. The expected wide market penetration of these materials will be assisted by the many suitable

matrix polymers. Nanocomposite developments have already been introduced for the majority of engineering plastics.

At the IAP, we are particularly studying nanocomposites based on heterochain polymers, such as polyesters, polyamides and polyimides, combined with layered silicates and layered hydroxides. These polymers assist the exfoliation of intercalated nanofillers because of their particular chemical structure with polar chain links. Partially aromatic polyesters, such as PET, PPT and PBT, as well as polycaprolactam (PA 6) and a melt-processable polyetherimide (ULTEM 1000) are being integrated as matrix plastics into these nanocomposite developments by the IAP to achieve various application-relevant improvements. For polyesters, the main development goals are to improve barrier properties against CO_2 and O_2 (PET) and increase tensile and flexural strength and heat resistance (PBT, PPT). For polyamides and polyimides, the aim is also to optimize mechanical and thermal material properties by adding nanoparticles.

To produce polymer-based nanocomposites, the IAP uses both non-reactive compounding processes (ex situ process) and processes that integrate polymer matrix or nanoparticle formation (in situ process). A focal point of all R&D activities is the modification of layered silicates and layered hydroxides to facilitate their intercalation and exfoliation. To use engineering plastics with their high melting temperatures as matrices, more thermally stable organic modifying components are required for the production of suitable organoclays.

Melamine/formaldehyde resins – renaissance of long-established polymer materials

Thermosetting materials have enjoyed a remarkable renaissance in many areas of application over recent years as a result of their high modulus or heat resistance and excellent compatibility with many inorganic and organic filler and reinforcing materials. For use in reactive resin composites, the IAP has developed meltable melamine resins, which can be processed in combination with fibrous or particulate fillers in a similar way to phenolic resins. Melt-processable melamine resins are synthesized from etherified melamine-formaldehyde products by reactive extrusion, with methanol and formaldehyde being split off. It is also possible to reactively compound these meltable melamine resins with polyolefins.

This gives rise to materials consisting of a polyolefin matrix and micro- to nanoscale melamine resin particles with sizes up to $d < 100$ nm. These materials are characterized by moduli of 2 – 3 GPa, tensile strength values of 35 MPa and elongation at break values of 2 – 8 %, even with particle concentrations exceeding 50% w/w.

For acoustic and thermal insulation in safety-relevant areas, a melamine-resin-based rigid foam, developed at the IAP, with densities of 0.08 – 0.11 g/cm³ and compressive strength values of 0.8 MPa, is showing promising properties. The thermal conductivity of this foam is 0.04 W/m²K, which compares well with that of established thermal insulation materials. The foam is produced without the addition of organic blowing agents and, because of its material basis, is non-flammable, even without flame-retardant modification.

Forschungsbereich Synthese- und Polymertechnik – Anwendungen und Dienstleistungen

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Synthese- und Polymertechnik
Dr. habil. Gerald Rafler
Telefon : +49(0)331/5 68-12 22
Fax : +49(0)331/5 68-32 13
gerald.rafler@iap.fraunhofer.de

Thermoplastische und duromere Polymerwerkstoffe und ihre Verarbeitung

Polymersynthesen

- Polykondensation in Lösung und Schmelze (linearkettig und Netzwerkpolymere)
- Synthese von Polymeren durch Polyaddition
- Synthese statistischer und nicht-statistischer Heterokettencopolymere
- Polymersynthesen und Polymermodifizierungen durch Reaktivextrusionsprozesse
- Optimierung technischer Polymersyntheseprozesse (Schmelzepolykondensation, Massepolymerisation)
- Basic Design von Verfahren zur Herstellung von Heterokettenpolymeren

Compoundierung

- Faserverstärkte und gefüllte Kompositmaterialien
- Nanokomposite durch ex situ und in situ Verfahren
- Biokomposite

Thermoplastische Verformung

- Extrusion
- Spritzguss
- Thermopressen
- Folienextrusion

Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Kunststoffadditiven

- Pharmaka
- Lebens- und Futtermittelergänzungstoffe
- Kunststoffadditive (Flammschutzmittel, photo- und thermochrome Substanzen)
- Reaktionskomponenten für Kleb- und Dichtstoffe
- Controlled Release Systeme für Wirkstoffe

Research division synthesis and polymer technology – applications and services

Thermoplastic and duromer polymer materials and their processing

Synthesis of polymers

- polycondensation (linear-chain polymers and network polymers)
- synthesis of polymers by polyaddition
- synthesis of random and non-random heterochain copolymers
- synthesis and modification of polymers by reactive extrusion processes
- optimization of technical polymer synthesis processes (melt condensation, mass polymerization)
- basic design of methods for the production of heterochain polymers

Compounding

- fiber reinforced and filled composite materials
- nanocomposites by ex situ and in situ processes
- biocomposites

Thermoplastic processing

- extrusion
- injection molding
- thermo molding
- film extrusion

Micro encapsulation of chemical agents and plastic additives

- pharmaceuticals
- supplements of food and animal feed
- plastic additives (flame retardants, photo- and thermochromic agents)
- reaction components for adhesives and sealing compounds
- controlled release systems of agents

Contact



Division director
 Synthesis and polymer technology
 Dr. habil. Gerald Rafler
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-12 22
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-32 13
 gerald.rafler@iap.fraunhofer.de

Industrielle Weiße Biotechnologie: Neue Wege zur Gewinnung von mono- und polymeren Verbindungen

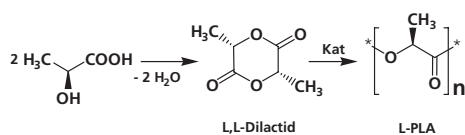


Fig. 1: Synthesis of polylactic acid.

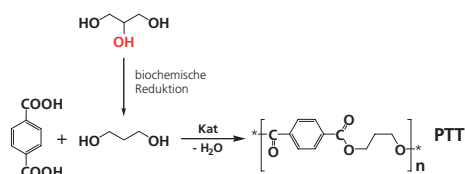


Fig. 2: Poly(trimethylene terephthalate) (PTT) based on biotechnological produced 1,3-propanediol

Die Stärke biochemischer Reaktionen liegt insbesondere darin, funktionelle Gruppen wie Doppelbindungen, OH-, NH₂- und COOH-Gruppen regio- und stereospezifisch in Moleküle zu integrieren, was mit Hilfe chemischer Synthesen nicht oder nur mit sehr großem Aufwand geleistet werden kann. Dadurch ist es z.B. möglich, neue Substanzen bereitzustellen oder bekannte Verbindungen billiger zu produzieren. Neben monofunktionalen Verbindungen besteht ein großes Interesse an Edukten, die unter Erhalt der in den Monomeren eingeschriebenen chemischen Informationen zu Polymeren mit neuen Eigenschaften umgesetzt werden können. Das bisher am weitesten entwickelte Verfahren ist die Gewinnung von L-Milchsäure und deren chemische Verarbeitung zu Poly-L-milchsäure (Fig. 1).

Auf der Grundlage dieser Konzeption steht die Suche nach neuen vielversprechenden Substraten und Produkten im Mittelpunkt intensiver Forschungsaktivitäten. Dazu haben sich 8 Fraunhofer-Institute (IME, IGB, ICT, IUSe, IVV, IPA, WKI und IAP) in einem Arbeitskreis zusammengeschlossen, um die Leistungsfähigkeit der komplexen Verknüpfung zwischen Rohstoffauswahl, biochemischen Umsetzungen, biotechnologischen Prozessen sowie der chemischen Nutzung gewonnener Produkte nachzuweisen.

Stoffliche Konzepte

Als wesentliches Kriterium für ein hohes Maß an Effektivität gilt die Auswahl der zu wandelnden Rohstoffe, um möglichst gute Ausbeuten sowie einen minimalen Trenn- und Reinigungsaufwand sicherzustellen. In diesem Zusammenhang spielt gegenwärtig die Nutzung pflanzlicher Öle für die Biodieselgewinnung eine wichtige Rolle. Neben den durch

Umesterung gewonnenen Fettsäuremethylestern fällt in großen Mengen Glycerin als Kuppelprodukt an, deren Markt als gesättigt betrachtet werden kann. Biochemisch ist es möglich, Glycerin selektiv zu 1,3-Propanediol (PDO) zu reduzieren^[1] (Fig. 2), wobei die Effizienz des Verfahrens neben der Wahl des biochemisch aktiven Systems, insbesondere auch durch die Qualität des Rohglycerins geprägt ist. Diese Synthesestrategie ist in Konkurrenz zu den bekannten chemischen Verfahren zu werten. Die Zugänglichkeit dieses Monomers hat sich aus ökonomischer Sicht verbessert und dadurch die Aktivitäten zur technischen Herstellung von Poly(trimethylene terephthalat) (PTT) forciert. Dadurch wird die Lücke zwischen den bereits am Markt etablierten linearen aromatischen Polyestern PET und PBT geschlossen. Die Hauptanwendung für PTT konzentrierte sich bisher aufgrund seiner Weichheit und besseren Anfärbbarkeit gegenüber PET auf den Teppichfaser- und Textilbereich. Der aktuelle Trend geht dahin, das Einsatzgebiet vom Fasersektor weg hin zu Folien und technischen Kunststoffen zu erweitern. Dafür bieten Nanokomposite eine Alternative. Im Fraunhofer IAP werden die dafür notwendigen Änderungen sowohl auf molekularer Ebene (mittlere Molmasse und Molmassenverteilungen) als auch durch Auswahlverfahren von verschiedenen Füllstoffen (organisch modifizierte Schichtsilikate und Doppelschichthydroxide) untersucht. Neben dem auf Monomerinterkalation basierenden in-situ Polykondensationsprozess liegt das Hauptaugenmerk auf der extrusionsunterstützten Schmelzeinterkalation. Ziel ist es, durch Nutzung des ausgewiesenen Aspektverhältnisses der nanoskalierten Füllstoffe, die mechanischen Eigenschaften zu optimieren und das Kristallisationsverhalten (Table 1) von PTT so zu verändern, dass für die Spritzgussverarbeitung möglichst kurze Zykluszeiten gewährleistet sind.

	T _m [°C]	Δ _m H [J/g]	T _c [°C]	Δ _c H [J/g]
PTT	223,4	59,7	157,7	53,8
PTT_nano1	222,7	60,9	178,2	63,6
PTT_nano2	223,3	58,6	177,0	62,1

Table 1: Influence of nanofillers on selected thermoanalytical data of PTT.

Industrial White Biotechnology: New ways to produce monomers and polymers

The particular advantage of biochemical reactions lies in integrating functional groups such as OH-, NH₂- and COOH- groups regio- and stereospecifically into molecules. This cannot be achieved by chemical synthesis, at least not without considerable effort and cost. By using biochemical reactions, it is possible to produce new substances or synthesize known compounds more cheaply. There is great interest in bi-functional monomers, which can be converted to polymers with new characteristics, while retaining their original chemical information. The most advanced development of this kind so far involves the production of L-lactic acid and its chemical processing into poly-L-lactic acid (cf. Fig. 1).

The quest for new, highly promising substrates and products based on this concept is the focus of intensive research activities. To this end, eight Fraunhofer institutes (IME, IGB, ICT, IUSE, IVV, IPA, WKI and IAP) are cooperating together in one research group to investigate how effectively the complex connection between raw material selection, biochemical reactions, biotechnological processes and the chemical use of derived products can be exploited.

Material concepts

Selection of raw materials that offer the highest possible yields, while ensuring minimum separation and purification costs, is considered a key criterion for effectiveness. In this connection, the use of vegetable oils for bio-diesel production is currently playing an important role. In addition to the fatty acid methyl esters obtained by transesterification, glycerin occurs in large quantities as a by-product. However, the market for glycerin may be regard-

ed as fully satisfied. Biochemically, it is possible to reduce glycerin selectively to 1,3-propanediol^[1] (cf. Fig. 2). The efficiency of this process is influenced not only by the choice of biochemically active system but also, in particular, by the quality of the raw glycerin. This synthesis strategy can be evaluated against established chemical processes. From the economic viewpoint, the accessibility of this monomer is improved, so accelerating progress towards industrial production of polytrimethylene terephthalate (PTT). This will enable the gap between this polymer and the linear aromatic polyesters PET and PBT already established on the market to be closed. To date, the main application for PTT has been in the carpet fiber and textile sector because it offers better softness and colorability than PET. The current trend is to extend the area of application from the fiber sector to plastic films and engineering plastics. Here, nanocomposites offer an alternative. At Fraunhofer IAP Potsdam-Golm, the necessary changes are being studied both at a molecular level (average molecular weight and molecular weight distribution) and by screening different fillers (organically modified layered silicates and double-layered hydroxides). In addition to the in-situ polycondensation process, which is based on monomer intercalation, the main focus is on extrusion-assisted melt intercalation and exfoliation. Our aim is to use the special aspect ratio of nanoscale fillers to optimize the mechanical properties of PTT and change its crystallization behavior (see Table 1) in such a way as to ensure the fastest possible injection molding cycles.

Kontakt



Dr. Gunnar Engelmann

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-12 10
gunnar.engelmann@iap.fraunhofer.de

Literatur

[1] C.P. Roupakias, G. Z. Papageorgious and G.P. Karayannidis, »Synthesis and thermal behavior of polyesters derived from 1,3-propanediol and various aromatic dicarboxylic acids« J. Macromol. Science Part A – Pure and Appl. Chem. 2003 (40) 791–8005

Nanokomposite auf Basis verschiedener Matrixpolymere



Fig. 1: Engine, equipped with fibre reinforced formed pieces based on cast-PA6 (black elements); authority: rpm factories GmbH.

Die Nanotechnologie im Allgemeinen und polymerbasierende Nanoverbundwerkstoffe im Speziellen haben sich in den letzten Jahren zu einem Eckpfeiler der Forschungslandschaft entwickelt. Dabei profitiert die Materialentwicklung von der breiten Palette möglicher Matrixpolymere (PP, PE, PA, PET, PBT, PTT, PEI, etc.), verschieden strukturierter Nanofüllstoffe (modifizierte und nicht-modifizierte anorganische Polyelektrolyte wie Organoclays und Hydrotalcite) sowie den Herstellungsverfahren (aus Lösung oder Schmelze). Durch die Kombination dieser Möglichkeiten lässt sich gezielt Einfluss auf das Eigenschaftsspektrum von polymerbasierenden Nanokompositen nehmen. Dabei sind in erster Linie Verbesserungen in den folgenden Kategorien zu erwarten:

- Mechanik (Festigkeit, Steifigkeit, Wärmeformbeständigkeit, Dimensionsstabilität, Schlagzähigkeit, Oberflächenhärte, Abriebbeständigkeit)
- Oberflächen- und optische Effekte (Glanz, Mattigkeit, Antireflex, Transparenz)
- Elektrische Eigenschaften (elektromagnetische Abschirmung, intrinsische Leitfähigkeit)
- Brandverhalten (halogenfreier Flammenschutz, geringere Abtropfgeschwindigkeit)
- Barriereigenschaften (Flüssigkeiten, Gase wie O₂, CO₂)

Im Fraunhofer IAP werden neben aromatischen Polyestern wie PET, PTT und PBT sowie Polyamiden (PA6) auch Polyetherimide (ULTEM 1000) intensiven Untersuchungen unterworfen. Dabei liegt ein Schwerpunkt in der Auswahl von geeigneten nanoskaligen Füllstoffen, die den Anforderungen der verschiedenen Verfahren bei der Herstellung und Verarbeitung aus Lösung

bzw. in der Schmelze gerecht werden. Unter RIM-technologischen Aspekten spielt die Schmelzviskosität bei der PA6-Herstellung insbesondere dann eine wichtige Rolle, wenn Fasern während des Schmelztransportes zu stark sedimentieren. Durch geringe Mengen nanoskaliger Füllstoffe lässt sich dem begegnen, so dass die Fasern in dem sich bildenden Formkörper homogener verteilt bleiben. Die damit verbundenen Eigenschaftsverbesserungen machen den Einsatz solcher PA6-Komposite im motornahen Raum von Fahrzeugen möglich (Fig. 1).

Polyimide und Polyetherimide bilden eine Gruppe von besonders temperaturresistenten Hochleistungskunststoffen mit Anwendungsschwerpunkten im Bereich Elektrotechnik/Elektronik sowie in der Luft- und Raumfahrtindustrie. Die Herstellung und Verarbeitung erfolgt sehr oft aus Lösung, was die Exfoliation von Nanopartikeln unterstützt. Für Anwendungen mit intensiver mechanischer Beanspruchung ist man jedoch auf lösungsmittelfreie Herstellungsverfahren angewiesen, um dadurch vor allem die Formbeständigkeit gewährleisten zu können. Aus verarbeitungstechnischen und ökonomischen Gründen ist diesbezüglich auf Extrusion zu orientieren. Trotz intensiver mechanischer Unterstützung der Mischvorgänge sind für die Compoundierung von Polyetherimiden vergleichsweise hohe Temperaturen erforderlich, was hohe Ansprüche an die thermische Stabilität der nanoskaligen Füllstoffe stellt. Einen wesentlichen Schwerpunkt bildet deshalb die Entwicklung thermisch stabilerer Organoclays und die Abstimmung der Prozessparameter auf deren Intercalation bzw. Exfoliation. In Kombination mit Ammonium-, Imidazolium- und Phosphoniumionen sind die organischen Modifikatoren dafür auf die Struktur der Polymermatrix ausgerichtet (Table 1).

	σ (MPa)	E (MPa)	ϵ (%)	T _g (°C)
ULTEM 110	110	2740	17	212,8
ULTEM_nano1	110	3010	10	213,7
ULTEM_nano2	110	2930	9	214,0

Table 1: Results of mechanical and thermal investigation of selected nanocomposites based on polyimide (filler 1%).

Nanocomposites based on different matrix polymers

Nanotechnology in general and polymer-based nanocomposites in particular have become a key research area for material science in recent years. Material development is able to benefit from the wide range of possible thermoplastic matrix polymers (PP, PE, PA, PET, PTT, PBT PEI etc.), variously structured nanofillers (modified and unmodified inorganic polyelectrolytes such as organoclays and hydrotalcites), and different composite production methods (from solution or melt). There is therefore extensive scope for tailoring the properties of polymer-based nanocomposites through selective combination of the different options. The special interactions of nanofillers with the polymer matrix can lead to improvements in the following properties:

- mechanical properties (strength, modulus, elongation, stiffness, dimensional stability, surface hardness)
- thermal properties (degree of crystallinity, rate of crystallization, decomposition temperature)
- optical surface effects (gloss, matt, antireflective, transparent)
- electrical properties (electromagnetic shielding, intrinsic conductivity)
- flammability (halogen-free flame retardancy, reduced drip rate)
- barrier properties (liquids, gases such as O₂, CO₂)

In the field of nanocomposites, the Fraunhofer IAP Potsdam-Golm is carrying out intensive research with aromatic polyesters (PET, PBT, PTT), polyamides (PA6) and polyetherimides. Activities are focused on selection of suitable nanoscale fillers to meet the requirements of the different composite production processes from solution or melt. In the production of fiber-reinforced

PA6 by RIM technology, sedimentation of the reinforcing fibers has an adverse effect on their distribution in the polymer matrix. By adding small amounts of nanoscale fillers, the melt viscosity can be adjusted to prevent the formation of concentration gradients in the resulting polymer matrix. The improved properties make it possible to use these reinforced PA6 composites in motor vehicle engine compartments (Fig. 1).

Polyimides and polyetherimides are a group of extremely heat-resistant, high-performance polymers ideally suitable for use in the electrical/electronics, aerospace and automotive industries. Composite production is very often carried out from solution, assisted by the exfoliation of nanoparticles. For applications involving intensive mechanical stresses, however, solvent-free processes are more suitable in order to ensure high dimensional stability. Consequently, attention is being focused on melt compounding, for processing and economic reasons. Despite intensive mechanical assistance from the mixing processes, comparatively high temperatures are necessary for compounding polyetherimides and nanofillers. This places high demands on the thermal stability of the nanofillers. An important focus of research work is therefore to develop more thermally stable organoclays and tune processing parameters to optimize their intercalation and exfoliation. With regard to the organic modifiers for this, we are concentrating our preparation activities mainly on imidazolium salt and imide-structured compounds to adapt the modifiers to the structure of the matrix polymer. Some results on the influence of nanofillers on the mechanical and thermal properties of polyimide nanocomposites are shown in Table 1.

Kontakt



Yun Chen

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-12 18
yun.chen@iap.fraunhofer.de

Dr. Gunnar Engelmann

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-12 10
gunnar.engelmann@iap.fraunhofer.de

Neue MF-Harzprodukte

	carbon fiber laminate	laminate with regenerated cellulose
tensile strength [MPa]	410	119
E-modulus [GPa]	8,7	8
impact strength [kJ/m ²]	1400	310

Table 1: Mechanical characteristics of high filled laminates with thermoplastic melamine resine.

Melaminharze sind seit langem eingeführte Materialien mit attraktivem Preis/Leistungsverhältnis. Ihre Compounds mit organischen und anorganischen Füll- bzw. Verstärkungsstoffen sind kriechstromfest, schwer brennbar, weisen gute Wärmeformbeständigkeit auf und besitzen ein ausgewogenes, mechanisches Eigenschaftsniveau. Infolge ihrer ausgezeichneten Oberflächeneigenschaften (Härte, Glanz) finden sie vor allem bei der Beschichtung von Holzwerkstoffen sowie als Komponenten von ofenhärtenden Lacken Anwendung. Darüber hinaus werden Melaminharze in breitem Umfang bei der Nassfestaurüstung von Papier, als Textilhilfsmittel, in der Spanplattenverleimung sowie bei Formmassen und Laminaten eingesetzt. Eine weitere Anwendung finden sie in der Wandbildung bei der Mikroverkapselung.

Aus Schmelze verarbeitbare Melaminharze

Kommerzielle Melaminharze werden vorzugsweise als wässrige Lösung bereitgestellt und aus Lösung verarbeitet. Unveretherte Festharze werden in sprühgetrockneter Form, beispielsweise als Lamelite angeboten. Auch diese Festharze werden jedoch vor der Verarbeitung in Lösung gebracht und aus Lösung verarbeitet, da sie beim Aufschmelzen bereits aushärten. Thermoplastisch verarbeitbare Formmassen sind organisch/anorganisch gefüllt im Handel. Durch partielle Veretherung werden Harze stabiler und sie härten erst bei höheren Temperaturen aus. Ein Nachteil dieser Harze ist, dass sie bei Raumtemperatur in reinem Zustand flüssig sind und stark kleben. Durch reaktive Extrusion wurde ein Harz entwickelt, das ohne Füllstoffe aus der Schmelze verarbeitet werden kann.

Es zeichnet sich durch seine im aufgeschmolzenen Zustand guten Penetrationseigenschaften in die Materialien aus. In Table 1 werden die mechanischen Werte von Platten angegeben, die mit diesem Harz hergestellt wurden.

Melaminharzschäume

Melaminharze bilden beim Aushärten sehr feste spröde Materialien. Auf dem Markt befindet sich jedoch ein aufgrund seiner Herstellung elastisch gehaltener offenerporiger Melaminharzschäum. Der Nachteil dieses Produktes ist die Wasseraufnahmefähigkeit. Übergießt man den Schaum mit Wasser, saugt er das Wasser wie ein Schwamm auf. Am IAP wurde ein Schaum entwickelt und zum Patent eingereicht, der aufgrund seiner Morphologie und seiner Ausrüstung Wasser abweist. Er schwimmt auch mit Gewichtsbelastung auf dem Wasser. Wird die Platte gebrochen, gesägt oder geschliffen, so tritt der wasserabweisende Effekt auf allen Flächen auf. Die kleinen Pusteln, die sich auf der Oberfläche bilden, sind sowohl für die Stabilität als auch für den wasserabperlenden Effekt verantwortlich (Fig. 1). Seine Wärmeleitfähigkeit entspricht der von Hartschaumplatten aus dem Bausektor. Die Druckfestigkeit ist höher (Table 2). Ein weiterer Vorteil ist, dass dieser Schaum ohne organische Lösungsmittel hergestellt wird. Der Schaum ist unbrennbar und im Gegensatz zu Styrodurplatten nicht schmelzend.

	melamin resin foam	styrodur
thermal conductivity [W/m ² K]	0,038–0,040	0,032–0,050
compressive strength [MPa]	0,8	0,2–0,7
density [g/cm ³]	0,08–0,11	0,025–0,065

Table 2: Difference between water-repellent melamine-resine-foam to in trade used fabric foam.

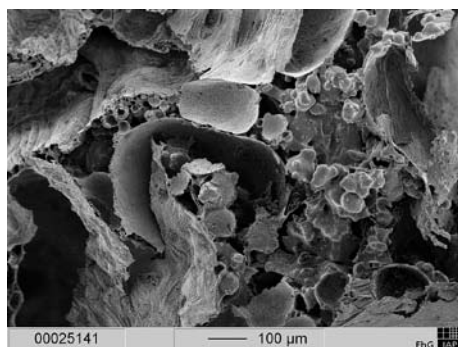


Fig. 1: REM picture from a fracture of the new produced MF-resine foam.

Novel MF resin products

Melamine-formaldehyde resins are materials with an attractive price-performance ratio that have been on the market for many years. Their compounds with organic and inorganic fillers and reinforcing materials are tracking-resistant and flame-retardant, have a high heat deflection temperature and provide balanced mechanical properties. Owing to their excellent surface properties (hardness, gloss), melamine resins are used particularly for coating wood materials and as components of baking finishes. In addition, they are widely employed in wet-strength finishing of paper, as textile auxiliaries, in chipboard bonding, as molding materials and for laminates. Another application is wall formation in microencapsulation.

Melt-processable melamine-formaldehyde resins

Commercial melamine-formaldehyde resins are preferably prepared as an aqueous solution and processed from solution. Non-etherified solid resins are supplied in spray-dried form, e.g. Lamelite. However, before processing, these solid resins, too, must be brought into solution and processed from solution, since they cure while melting. Melt-processable molding materials with organic/inorganic fillers are available on the market. These resins are made more stable by partial etherification and cure only at high temperatures. A disadvantage of these resins in pure form is their liquid state and extreme tackiness at room temperature. Now, through reactive extrusion, a resin has been developed that can be processed in melt form without fillers and has excellent material penetration properties in the

melt state. Table 1 shows the mechanical property values of sheets produced with this resin.

Melamine-formaldehyde resin foams

Although melamine-formaldehyde resins generally harden into extremely solid, brittle materials, there is a flexible, open-cell melamine resin foam on the market, using a special process that enables elasticity to be retained. The disadvantage of this product is that it soaks up water like a sponge.

Fraunhofer IAP has now developed a foam (patent pending) that is water-repellent because of its special morphology and composition. This foam floats on water, even when weighted. If the foam sheet is fractured, sawn or ground, all its surfaces remain water-repellent. The small »blisters« formed on the foam surface are responsible for both its stability and water-repellent effect (Fig. 1). The thermal conductivity of the novel foam is comparable to that of rigid foam sheets used in the construction industry, while its compressive strength is even higher (Table 2).

A further advantage of this foam is that it is produced without the use of organic solvents. The foam is non-flammable and, unlike Styrodur sheets, does not melt.

Kontakt



Dr. Frank Börner

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-12 21

Fax : +49 (0) 331 / 5 68-30 00

frank.boerner@iap.fraunhofer.de

Patent

F. Börner, G. Rafler:

»Treibmittelfreier Aminoharzschäum, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung«
AZ 102006001862.1

Wasserbasierende Polymersysteme
Water-born Polymer Systems



- Profile von wasserbasierenden Polymersystemen
Introduction to water-born polymer systems
- Neue Hochleistungspolymere
New high-performance polymers
- Polymersysteme für die medizinische Diagnostik
Polymer systems for medical diagnostics
- Ionische Flüssigkeiten in der Polymersynthese
Ionic liquids as novel solvents for polymer systems
- Forschungsgruppe
»Nanotechnologie für Life-Science«
Research group
»Nanotechnology for Life Science«

Profile von wasserbasierenden Polymersystemen

Wasserbasierende Polymersysteme als unser Arbeitsgebiet umfassen das gesamte Spektrum von Polymeren, die wasserlöslich sind und in wässriger Lösung angewandt werden. Dazu kommen Systeme, die zwar aus Wasser appliziert werden, deren Endverbleib aber nicht-wässrig ist, bis hin zu an sich wasserunlöslichen Systemen, in denen Wasser als temporäres Hilfs-, Verarbeitungs- oder Dispergiermittel eingesetzt wird. In die erste Gruppe fallen z.B. Viskositätsregler, Tenside, Emulgatoren und Löslichkeitsvermittler, Anti-Redeposition Agents, Entschäumer, Ionenaustauscher und Wasserenthärter. Die zweite Gruppe beinhaltet u.a. Flockungsmittel, Papierchemikalien, Weichspüler, Haarpflegemittel, Lacke, Klebstoffe, Photoresists oder Betonhilfsmittel. Für die dritte Gruppe stehen viele Polymerkolloide und Latices, sei es für Anstriche, Kautschuke oder PVC und diverse Verkapselungsmaterialien. Dazu kommen die vielen Polymersysteme, die in ständigem Kontakt mit Wasser eingesetzt werden, ohne notwendigerweise in Wasser löslich oder hergestellt zu sein. Hierunter fallen vor allem Systeme, die von Wasser benetzt werden und/oder mit Wasserquellen. In dieser Gruppe befinden sich Hydrogele, Superabsorber, viele Beschichtungen, bakterizide Oberflächen, medizinische Materialien, Membranen oder Absorber.

und zu funktionieren, bzw. sich darin untersuchen zu lassen. Solche Polymersysteme müssen also gleichermaßen mit wässrigen Umgebungen verträglich, funktionstüchtig und beständig sein und das sowohl bei der Herstellung, Lagerung als auch Anwendung. Dabei spielt Wasser als Löse- und Dispergiermittel wegen seiner speziellen Eigenschaften eine immer wichtigere Rolle für viele technische Prozesse und Produkte. Wie die Natur uns vormacht, können Polymere auch Wasserhaushalte regulieren. Der Vorteil von wässrigen Systemen liegt in ihrer Kombination vieler günstiger Eigenschaften wie Ungiftigkeit, Unbrennbarkeit, Fähigkeit zum Recycling, große Ressourcen und niedriger Preis. Daher sind wasserbasierende Systeme für die Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von Polymeren gleichermaßen attraktiv unter sicherheitstechnischen, ökonomischen und ökologischen Gesichtspunkten. Entsprechend werden wasserbasierende Polymersysteme zunehmend als Alternative bzw. Ersatz von Systemen eingesetzt, die traditionell organische Lösemittel verwenden. In vielen Bereichen gibt es wegen des spezifischen Eigenschaftsprofils ohnehin kaum eine Alternative zu wasserbasierenden Systemen wie in den Feldern der Medizin, Gesundheit, Ernährung, Bio- und Lebensmitteltechnologie.

Profil des Forschungsbereichs

Aktivitäten und Kompetenzen des Forschungsbereichs decken das Feld der wasserbasierenden Polymersysteme in voller Breite ab. Unsere Arbeiten erstrecken sich von Monomer- und Polymerentwicklung über Synthesemethodik, Verfahrensentwicklung, Analytik und Charakterisierung in wässrigen Systeme-

men für verschiedenste Anwendungen, auch solche außerhalb von Wasser. Besondere Schwerpunkte bilden die Arbeitsgebiete Stoffentwicklung, molekular gelöste Systeme, polymere Kolloide und Nanopartikel, Hydrogele sowie Grenz- bzw. Oberflächen.

In allen diesen Feldern besitzen wir langjährige Erfahrung und spezifisches Know-how. Polymersynthesen und -umsetzungen in Wasser bzw. verwandten Lösemitteln sind eine unserer Spezialitäten. Ein besonderes Gewicht haben dabei die radikalische Polymerisation in allen Varianten, die chemische Modifizierung von Polymeren – wie sie in besonderem Maß für Polymere auf Basis nachwachsender Rohstoffe anfällt – und die Methoden der Dispersionspolymerisation. Neben der eigentlichen Polymerentwicklung forschen wir auch an neuen Bausteinen wie Monomeren, Additiven, Initiatoren, Kettenreglern und -abbrechern.

Neben dem oft schwierigen chemischen Verhalten besitzt Wasser eine Reihe besonderer physikalischer Eigenschaften, so dass sich wasserbasierende Polymere sehr kompliziert verhalten. Daraus resultieren sehr spezielle Analyse- und Untersuchungsmethoden. Parallel zu unserer Syntheseerfahrung haben wir daher auch die Analytik und Untersuchung wässriger bzw. wasserbasierender Systeme entwickelt und können so die Entwicklung neuer Produkte und Verfahren ganzheitlich und unter diversen Gesichtspunkten betreiben.

Die folgenden Aufsätze geben einen Eindruck von der thematischen Breite wasserbasierender Polymersysteme. Sie stellen aktuelle Arbeitsthemen mit den dazu gehörigen Partnern vor und illustrieren die Vielschichtigkeit der laufenden Aktivitäten.

Rahmenbedingung: Wasser

Die scheinbar verwirrende Vielfalt wasserbasierender Polymersysteme steht sich vielfach näher, als es auf den ersten Blick erscheint. Alle verbindet das große Problem, in dem hoch komplizierten, chemisch aber alles andere als inerten Medium Wasser zu bestehen

Introduction to water-borne polymer systems

Our activities with water-borne polymer systems involve the full spectrum of polymers that are water-soluble and used in aqueous solution. Our work also covers systems that are applied from aqueous solution, although their final use is non-aqueous, and water-insoluble systems in which water is used as a temporary auxiliary, processing aid or dispersant. The first group of polymers includes viscosity regulators, surfactants, emulsifiers, solubilizers, anti-redeposition agents, defoamers, ion exchangers and water softeners. The second group comprises flocculants, paper chemicals, fabric conditioners, hair and body care products, coatings, adhesives, photoresists, and concrete additives such as superplasticizers. The third group contains many polymer colloids and latices used in paints, rubbers and PVC products, and also various encapsulating materials. Additionally, we are concerned with the numerous polymer systems that are used in permanent contact with water without necessarily being water-soluble or produced in water. Typical systems are those which are wetted or swollen by water, for example hydrogels, superabsorbers, many coatings, bactericidal surfaces, materials for medical use, membranes and absorbers.

Water – a highly complex medium

Despite their apparently bewildering diversity, water-borne polymer systems share more in common than might seem at first sight. In particular, the problem that unites all such systems is that they have to survive and function correctly, and also be studied, in water, a very complex medium, which is by no means chemically inert. These polymer systems must be compatible, effective,

and resistant in an aqueous environment during production, storage and use. Water is playing an increasingly important role as a solvent and dispersant in many industrial processes and products. As nature demonstrates, polymers are also able to control the water balance of a given system. The main advantage of water-borne systems is their combination of many useful properties, such as non-toxicity, non-flammability, recyclability, availability of large resources and low cost. This makes water-borne systems attractive for the production, processing and use of polymers from safety, economic and ecological viewpoints. Consequently, water-borne polymer systems are increasingly replacing systems based on organic solvents. In many fields, such as medicine, healthcare, nutrition, biotechnology and food technology, there is hardly any alternative to water-borne systems because of the specific property profile required.

Profile of the research department

The activities and expertise of the research department cover the entire field of water-borne polymer systems. Our work includes monomer and polymer development, synthesis methodology, process development, analytics and characterization in aqueous systems for diverse applications. The focal points of our activities are material development, molecularly dissolved systems, polymer colloids and nanoparticles, hydrogels, and interfaces and surfaces. We have long-standing experience and specific know-how in all these fields. The department specializes in polymer syntheses and chemical reactions in water and related solvents. Our strong points are free radical

polymerization in all its variants, the chemical modification of polymers – as required particularly for polymers from renewable resources, and dispersion polymerization methods. In addition to actual polymer development, we carry out research into new building blocks, such as monomers, additives, initiators, chain transfer agents, and chain terminating agents.

Water is not only chemically rather an aggressive medium but also has a number of special physical properties. Hence, water-borne systems may exhibit very complex behavior. For this reason, specialized analytical tools and methods are required to study such systems. To complement our experience in material synthesis, we have also developed expertise in analyzing and testing water-borne systems. This enables us to offer a comprehensive approach to new products and processes, and investigate a variety of aspects.

The following articles highlight the wide range of topics we cover in relation to water-borne polymer systems. They describe current projects and the partners with whom we are working, while also illustrating the versatile nature of our activities.

Forschungsbereich Wasserbasierende Polymersysteme – Anwendungen und Dienstleistungen

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Wasserbasierende Polymersysteme
Prof. Dr. André Laschewsky
Telefon : +49(0)331/5 68-13 27
Fax : +49(0)331/5 68-30 00
andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Wasserbasierende Funktionspolymere und Kolloide

Prof. Dr. André Laschewsky
Telefon : +49(0)331/5 68-13 27
Fax : +49(0)331/5 68-30 00
andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Funktionspolymere für die Medizintechnik

Dr. Joachim Storsberg
Telefon : +49(0)331/5 68-13 21
Fax : +49(0)331/5 68-25 021
joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

Polymere Nanotechnologie für Life Science

Dr. Jean-Francois Lutz
Telefon : +49(0)331/5 68-11 27
Fax : +49(0)331/5 68-30 00
jean-francois.lutz@iap.fraunhofer.de

Wasserlösliche Polymere

Ausgewählte Anwendungen

- Viskositätsregulierung
- Papierhilfsmittel
- Prozesshilfsmittel für Trennprozesse
- Schwermetall-Immobilisierung
- Verträglichkeitsmacher
- Solubilisatoren, Emulgatoren und Dispersionsstabilisatoren
- Tenside
- Trägerstoffe
- Zusatzstoffe in Kosmetika und Pharmazeutika
- Hydrogele
- Oberflächenmodifizierung
- Temporäre und leitfähige Schichten

Neue Synthesen und Verfahren

- Initiatoren, Kettenregler und Funktionsmonomere
- Dispersionspolymerisation im wässrigen Medium
- Pfcropf-polymerisation in inverser Emulsion
- Polymerisation nach kontrollierten Mechanismen
- Modifizierung von Precursor-Polymeren

Definierte Molekülarchitekturen

- Polyelektrolyte mit gezielt eingestellter Ladungsdichte, Ladungsstärke, variablem Verhältnis hydrophiler und hydrophober Anteile
- Amphiphile Blockcopolymere
- Polymere Tenside
- Polyelektrolyte mit alternierenden Ladungen (Pfcropf-, 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) und als Masken

Synthesen

- Emulsions- und Dispersionspolymerisation in wässrigen und inversen Systemen

Komplexe chemische Analyse

- von Polymeren, Additiven, Tensiden

Research division water-born polymer systems – applications and services

Water-soluble polymers

Selected applications

- viscosity controlling
- papermaking aids
- process aids for separation processes
- immobilization of heavy metals
- compatibilizers
- stabilizers for dispersions, emulsifiers and solubilizers
- surfactants
- carrier materials
- additives for cosmetic and pharmaceutical recipes
- hydrogels
- surface modification
- temporary and conducting layers

New syntheses

- initiating agents, chain transfer agents and functional monomers
- dispersion polymerization in aqueous systems
- graft polymerization in inverse emulsion
- polymerization following controlled mechanisms
- modification of reactive precursor polymers

Defined molecular architecture

- polyelectrolytes with adjusted charge density, ionic strength, variable hydrophobic-hydrophilic balance
- amphiphilic block copolymers
- polymeric surfactants
- polyelectrolytes with alternating charges, graft and comb-like structures
- polymeric betaines
- reversible and irreversible gels
- ionomers

Dispersions and colloids

Special dispersions

- tailor-made particle sizes and size distributions of nano and micro spheres
- adjustment of particle morphology, functionality and reactivity
- Control of viscosity, storage stability and the film formation behaviour for coatings

Model colloids

- surface modification as bio molecule carriers for medical diagnostics and controlled drug release
- fluorescence labelling, equipment with colour or paramagnetic core for basic and applied research, diagnostics and therapy
- building up of two and three dimensional polymer colloid arrays as optical sensor-elements (for example for color recognition, distance measurement)
- organic nanoparticles for life sciences

Synthesis

- emulsion and dispersion polymerization in aqueous, inverse and non-aqueous systems

Complex chemical Analysis

- of polymers, additives and surfactants

Contact



Division director
Water-born polymer systems
Prof. Dr. André Laschewsky
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-13 27
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
 andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Water-born functional polymers and colloids
 Prof. Dr. André Laschewsky
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-13 27
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
 andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Functional polymers for medical technology
 Dr. Joachim Storsberg
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-13 21
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 021
 joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

Polymer Nanotechnology for Life Science
 Dr. Jean-Francois Lutz
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-11 27
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
 jean-francois.lutz@iap.fraunhofer.de

Neue Hochleistungspolymere

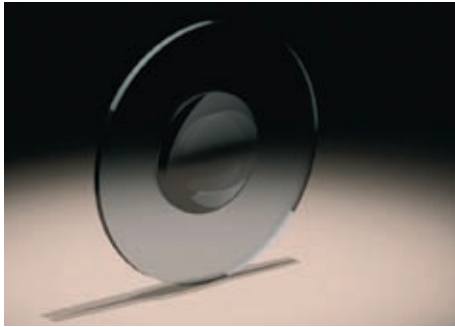


Fig. 1: High transparent and flexible polymer disc made from the new methacrylic polymer – remarkable is the insitu UV-absorption up to 400 nm – without addition of any UV-absorber

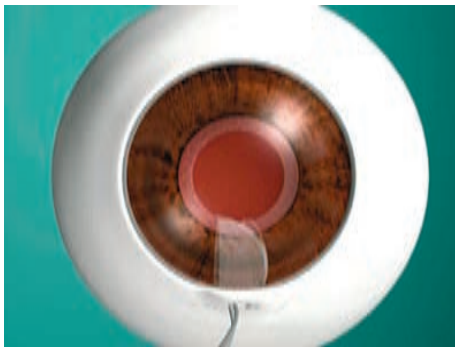


Fig. 2: Prototyp of an IOL with loop-haptic



Fig. 3: Blank of an IOL made from the new material with ground-in optics

Für klaren Blick bei Grauem Star

Der Graue Star gehört zu den häufigen Augenerkrankungen in Deutschland. Ab dem 50. Lebensjahr machen sich erste Anzeichen wie verschleierte Sicht oder erhöhte Blendempfindlichkeit vor allem bei Nachtfahrten bemerkbar. In der Regel ist die graue Trübung der Augenlinse altersbedingt und wird durch die Kristallisation der Proteine in der Augenlinse verursacht. Etwa 670.000 Katarakt-Operationen werden pro Jahr allein in Deutschland durchgeführt. Damit ist die Intraokularlinse (IOL) das häufigste Implantat. Die Trübung der Linse geht meist sehr langsam voran. Erst wenn der Patient in seinen täglichen Aufgaben – etwa beim Lesen oder Auto fahren – beeinträchtigt ist, rät der Augenarzt zur Operation. Dabei wird die getrübbte natürliche Linse durch eine Kunststofflinse ersetzt. Dieses OP-Verfahren ist erst seit wenigen Jahrzehnten verbreitet. Früher mussten die Patienten nach dem Entfernen der Linse eine dicke Starbrille tragen. Im EU-Projekt MIRO (Micro Incision Research in Ophthalmology) entwickeln wir zusammen mit europäischen mittelständischen Partnerunternehmen und Forschungseinrichtungen extrem dünne und faltbare Intraokularlinsen, die eine minimalinvasive und patientenschonende Operation ermöglichen.

In der Regel wird die Star-Operation ambulant durchgeführt. Der Operateur macht dazu einen ca. drei bis fünf Millimeter großen Schnitt durch die Horn oder Lederhaut, zertrümmert den getrübbten Linsenkern mittels Ultraschall (Phakoemulsifikation) und saugt die Linsenbestandteile ab. Im nächsten Schritt wird die IOL mit einer Pinzette oder einem Injektor gefaltet und durch den Schnitt in den Kapselsack implantiert. Ziel ist es, die Schnittgröße bei der

Operation von bisher drei Millimeter auf 1,5 Millimeter zu verringern. Dafür benötigt der Operateur neue IOLs, die wesentlich dünner sind als die herkömmlichen Linsen und durch den winzigen Schnitt »injiziert« werden können. Dünne Linsen erfordern einen höheren Brechungsindex des Linsenmaterials bei gleichbleibenden oder verbesserten mechanischen Eigenschaften. Der Brechungsindex derzeitiger IOL-Materialien liegt bei maximal 1,55. Die am IAP in unserer Gruppe entwickelten Hochleistungspolymere erreichen einen Brechungsindex der weit über 1,55 liegt. Damit können wir die Linsen deutlich dünner machen als bisher. Eine weitere Herausforderung bestand in der Gewährleistung der mechanischen Stabilität des Materials. Denn obwohl die Linsen dünn sind, müssen sie sich nach der Implantation problemlos entfalten und stabil genug sein, der postoperativ einsetzenden Kapselsackschrumpfung entgegen zu wirken. Die IOLs dürfen sich im Auge nicht dezentrieren oder kippen, sondern müssen sich (unter Verwendung einer geeigneten Haptik – Fig. 3) verlässlich verankern. Weitere Anforderungen an die neuen Materialien sind eine hohe optische Transparenz im sichtbaren sowie Absorption im UV-Spektralbereich, mechanische Festigkeit, Flexibilität und falt- bzw. rollbarkeit. Außerdem dürfen die Polymere nicht toxisch sein, müssen sich biokompatibel und langzeitstabil verhalten. Schließlich sollen sie sich durch molding-Verfahren herstellen aber auch in der Kälte zerspanend bearbeiten lassen. Bereits 2006 sollen die klinischen Tests der aus den neuen Materialien hergestellten IOLs abgeschlossen sein.

New high-performance polymers

For clear vision after cataract surgery

Cataracts are one of the most common eye diseases in Germany. The first signs, such as cloudy vision or increased sensitivity to glare, especially when driving at night, generally start to appear from the age of 50. The gray clouding of the eye lens is caused by slow crystallization of the lens proteins. In Germany alone, some 670 000 patients undergo cataract operations every year, which makes the intraocular lens (IOL) the most common medical implant.

The clouding of the eye lens usually increases gradually. Not until patients are handicapped in their everyday activities – for example reading a book or driving a car – does the ophthalmologist advise surgery. In this operation, the opaque natural lens is replaced by a synthetic polymer lens. This surgical technique has only been available for a couple of decades. Previously, after removal of the natural lens, patients had to wear very thick, highly refractive glasses to compensate for the loss of refractive power.

In the EU »MIRO« project (Micro Incision Research in Ophthalmology), we are collaborating with European SMEs and research institutes in the development of new, extremely thin and foldable IOLs that permit minimally invasive, patient-friendly surgery.

Normally, cataract surgery is carried out as an outpatient procedure. The surgeon makes a 3–5 mm incision through the sclera (cornea), emulsifies the lens via ultrasound and sucks off the remaining lens particles. In a next step, the folded or rolled IOL is inserted into the capsular bag.

Our objective is to reduce the size of the incision to 1.5 mm. Although appropriate surgery techniques exist, new IOLs that are much thinner than conventional ones are needed to achieve this goal. The thinner the lens, the higher the refractive index of the material must be. At the same time, the mechanical and optical properties of the lens must be retained or improved. Currently available IOL materials have a refractive index of ~1.5.

In our group at the IAP, we are developing high-performance polymers with refractive index values far higher than those of current IOL materials on the market. This enables us to make lenses that are significantly thinner than those currently used

Another challenge was to guarantee the mechanical stability of the material. Although the new IOLs are thin, they have to unfold easily after implantation and be sufficiently stable to withstand post-operative shrinkage of the capsular bag without deformation. Other requirements for the new materials are high optical transparency in the visible light region and high absorption in the UV region, mechanical strength, flexibility, and foldability/rollability. The polymers must also be non-toxic and biocompatible, and have good long-term stability. Finally, it should be possible to manufacture these IOLs by molding or cold lathe cutting. The clinical trials of IOLs produced from the new materials should be completed in 2006.

Kontakt



Dr. Joachim Storsberg

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 21

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 21

joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

Dr. Eckhard Görnitz

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 02

eckhard.goernitz@iap.fraunhofer.de

Förderung

EU-CRAFT Projekt MIRO

Kooperationen

Acrimed/WaveLight GmbH Berlin (D)

CORONIS GmbH Martinsried (D)

Croma Pharma Wien (AT)

EWPolymedicals Memmingen (D)

Universitäts-Augenklinik Poznan (PL)

Medical Device Production B.V. (NL)

Medicel AG Wildnau (CH)

MAE Konsult (SE)

Publikationen

J. Storsberg, W. G. K. Müller-Lierheim, E. Görnitz, A. Laschewsky: Chemical Design of Ophthalmic Implants, *Biomedizinische Technik*, 50 (Suppl. vol 1 Part 1) (2005) 328

Patent

J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky, E. Winter, W. Müller-Lierheim: Polymerzusammensetzung mit hohem Brechungsindex, European Patent Application, 05026265.6 vom 01.12.2005

Polymersysteme für die medizinische Diagnostik

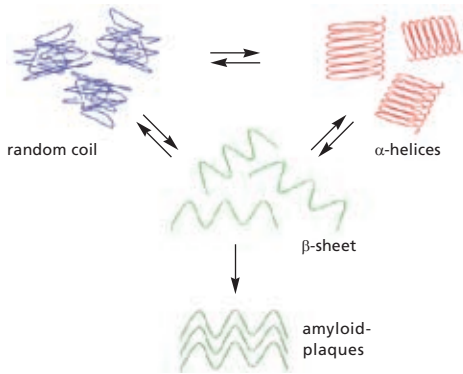


Fig. 1: Scheme of different protein-structures forming »Amyloid-Plaques«.

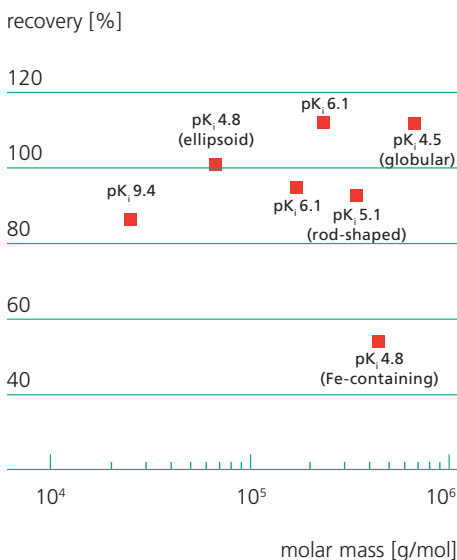


Fig. 2: Interaction of different proteins with chromatography column. High recovery means low interaction – one important precondition to separate effectively via size.

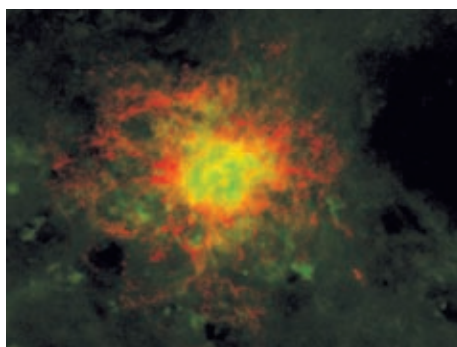


Fig. 3: With Thioflavin T marked »Amyloid-Plaques« in a mouse brain, released from polymeric core-shell-nanoparticles.

Die Entwicklung diagnostischer Methoden unter Einsatz maßgeschneiderter Polymermaterialien eröffnet neue Lösungsvarianten für die Bearbeitung biomedizinischer Fragestellungen. Ein Schwerpunkt solcher Materialentwicklungen ist die Herstellung von polymeren Trenn- und Trägermaterialien, z. B. von multifunktionalen Biochips oder von chromatographischen Trennphasen zur Protein-Erkennung. Auch polymere Referenzsysteme als Modelle für Wirkstoffträger sind von Bedeutung. Dabei lassen sich die Polymere mit Radioisotopen, Fluoreszenzmarkern oder biologisch aktiven Komponenten ausstatten und somit als Sensoren oder künstliche Rezeptoren in medizintechnischen Entwicklungsstudien einsetzen.

Diagnostik neuronaler Erkrankungen

Die Fehlfaltung von Proteinen gilt heute als maßgeblich für die Entstehung vieler neuronaler Erkrankungen wie z.B. der Kreuzfeldt-Jakob-, Parkinson- oder der Alzheimerschen Krankheit. Werden solche pathogenen Faltungsmuster (β-Faltblatt vgl. Fig. 1) aus ursprünglich unauffälligen Eiweiß-Konformationen (Knäuel, α-Helices) im menschlichen Körper gebildet, so können sie sich im Falle einer Alzheimer-Erkrankung im Gehirn ablagern und dort sogenannte »Amyloid-Plaques« entstehen lassen. Dies führt schließlich zu einer zunehmenden Demenz des Patienten.

Ein Therapieansatz für solche Krankheiten zielt auf die Hemmung von Fehlfaltung und Ablagerung. Eine Alternative oder Ergänzung wäre die Auflösung von Plaques. Für die Diagnostik benötigt man daher z.B. Analyseverfahren für die Quantifizierung der beteiligten Protein-Strukturen. Ein Trennprinzip, das

selbst bei sehr kleinen Mengen an biologischem Probenmaterial noch nutzbar ist, stellt die chromatographische Auftrennung nach der Größe der Proteine dar. Um eindeutige Daten zu erhalten, ist dabei eine Überlagerung des Trennkriteriums Größe durch Wechselwirkungen mit dem Säulenmaterial zu vermeiden. Normalerweise wird dies durch Zusätze zum Laufmittel erreicht, wodurch sich jedoch die Lösungszustände verändern. Proteine denaturieren teilweise, d.h., die in biologischer Umgebung vorliegenden Verhältnisse werden nicht mehr erfasst.

In Kooperation mit der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung und einem Säulenhersteller entwickeln wir neue Trennphasen auf der Basis modifizierter Cellulosen. Dies ermöglicht u.a. die molekulare Analyse von Proteingemischen unterschiedlicher Strukturen unter (weitgehend) physiologischen Bedingungen (Fig. 2).

Eine begleitende, langjährige Kooperation mit dem Institut für Hirnforschung an der Universität Leipzig unterstützt neuroanatomische und -physiologische Forschungsprojekte durch maßgeschneiderte, fluoreszierende Nanopartikel. Damit lassen sich selektiv Zelltypen im Hirngewebe markieren, entsprechend auch Amyloid-Plaques^[1, 2]. Spezielle Kern-Schale-Systeme mit enzymatisch abbaubarer Hülle und inertem Kern sind für derartige Untersuchungen geeignet (Fig. 3). Aktuell werden solche Modellträger mit verschiedenen Tensiden und Apolipo-Proteinen beschichtet, um damit nach intravenöser Injektion die Blut-Hirn-Schranke von Mäusen und Ratten zu überwinden. Ein Erfolg würde neue Perspektiven für die Behandlung von Alzheimer-Patienten eröffnen.

Polymer systems for medical diagnostics

The development of diagnostic methods based on tailor-made polymer materials opens up alternative ways of finding new solutions for urgent problems in biomedicine and pharmacy.

A primary focus of such developments is the preparation of polymer separation and carrier materials, such as multi-functional biochips or chromatographic separation phases for selective analysis of proteins. The development of polymer reference systems as a model for active ingredient carriers is also important. For such purposes, the polymer systems can be labelled with radioisotopes, fluorescence markers or biologically active components to be used as sensors or artificial receptors for medical technology development studies.

Diagnosics of neural diseases

Misfolding and aggregation of proteins are now believed to play a key causal role in many neural and systemic illnesses, such as Kreutzfeldt-Jakob's, Parkinson's and Alzheimer's disease. In the case of Alzheimer's, for example, if such pathogenic folding patterns (β -sheets cf. Fig. 1) are produced in the human body from originally low-key protein conformations (random coils, α -helices), they can be deposited in the brain to form so-called »amyloid plaques«. In the long term, these result in increasing dementia of the patient. One basic therapeutic approach for such neural diseases is to try and inhibit the misfolding and brain deposits. An alternative or additional procedure may be to dissolve the plaques. For diagnostics, therefore, analytical methods must be established to quantify selectively the protein structures involved in the folding process. Chromatographic separation of proteins according to their

size is an effective analytical technique, even for very small quantities of biological sample material.

However, reliable data can only be obtained by preventing chemical interactions with the column material from interfering with the pure size exclusion mechanism. This is usually achieved through additives to the eluent but these can change the state of solution. The proteins may be partly denatured, i.e. the original conditions, as present in the biological environment, no longer apply.

In a joint project with the Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM) and a producer of chromatography columns, we are developing new separation phases based on modified cellulose. Among other objectives, this development will allow molecular analysis of mixtures of different protein structures under (close to) actual physiological conditions (Fig. 2).

In long-standing cooperation with the Institute for Brain Research at the University of Leipzig, we have been supporting neuro-anatomical and physiological research projects by supplying tailor-made, fluorescent nanoparticles. In this way, cell types in the brain tissue can be selectively marked, as can amyloid plaques^[1, 2]. Tailored core-shell systems consisting of an inert core and enzymatically degradable shell are particularly suited for such investigations (Fig. 3). These model carriers are presently being coated with special surfactants and apolipo-proteins to overcome the blood-brain barrier in mice and rats after intravenous injection. Success would open up new prospects for treating Alzheimer's patients.

Kontakt



Dr. Stefano Bruzzano

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 17

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 17

stefano.bruzzano@iap.fraunhofer.de

Dr. Bernd-Reiner Paulke

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-11 59

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-31 10

bernd-reiner.paulke@iap.fraunhofer.de

Kooperationen

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Freie Universität Berlin (FU Berlin),
Pharmazie & Biopharmazie
Universität Leipzig,
Paul-Flechsig-Institut für Hirnforschung
Universität Leipzig, Veterinär Anatomie
Polymer Standards Service GmbH, Mainz
Micromod Partikeltechnologie GmbH, Rostock-Warnemünde

Literatur

- [1] W. Härtig, B.-R. Paulke, G. Brückner: Fluorescent latex microspheres for the retrograde labelling of neurons and the demonstration of glial cells
Hirnforschung, 33 (1992) 147-148
[2] W. Härtig, B.-R. Paulke, S. Varga, J. Seeger, T. Harkany, J. Kacza: Electron microscopic analysis of nano particles delivering thioflavin-T after intrahippocampal injection in mouse: implications for targeting β -Amyloid in Alzheimer's disease
Neuroscience Letters, 338 (2003) 174-176

Ionische Flüssigkeiten in der Polymersynthese

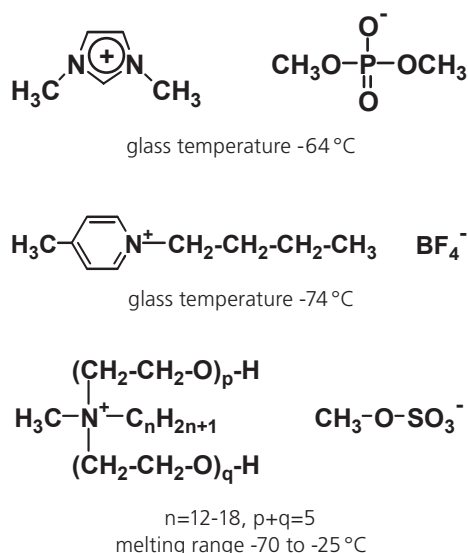


Fig. 1: Examples for ionic liquids: (1-ethyl-3-methyl imidazolium)dimethylphosphate, (1-butyl-4-methylpyridinium)tetrafluoroborate, (N-alkyl-N,N-(bis(oligo(oxyethylene))-N-methylammonium) methylsulfate (from top to bottom).

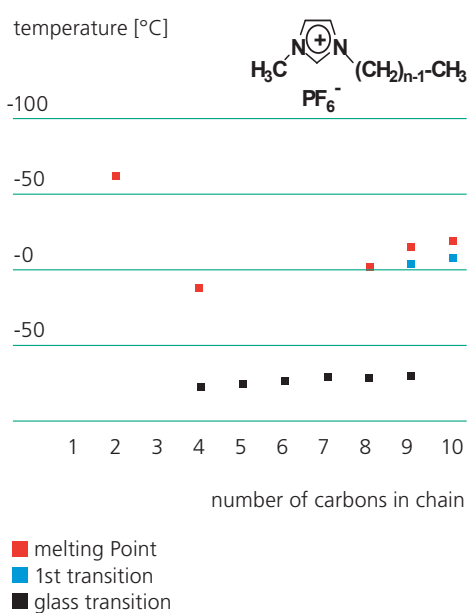


Fig. 2: Phase behavior of (1-alkyl-3-methylimidazolium) hexafluorophosphates.

Salze, deren Schmelzpunkt unter 100°C liegt, nennt man »ionische Flüssigkeiten«. Kationen wie Anionen können sowohl organischer als auch anorganischer Natur sein (Fig. 1). Ionische Flüssigkeiten wurden lange nur als Kuriosum betrachtet, finden aber in den letzten Jahren starkes Interesse, da sie ungewöhnliche Eigenschaften besitzen. Sie sind nicht nur unbrennbar, sehr temperaturstabil und besitzen keine messbaren Dampfdrücke, sondern sie zeichnen sich auch durch ein gutes Lösevermögen für viele organische und anorganische Stoffe aus. Dabei lassen sich thermische und Löseeigenschaften durch gezielte Modifizierung der einzelnen Bausteine einstellen (Fig. 2). Somit bieten sich ionische Flüssigkeiten als alternative, vielseitige und sichere Lösemittel an.

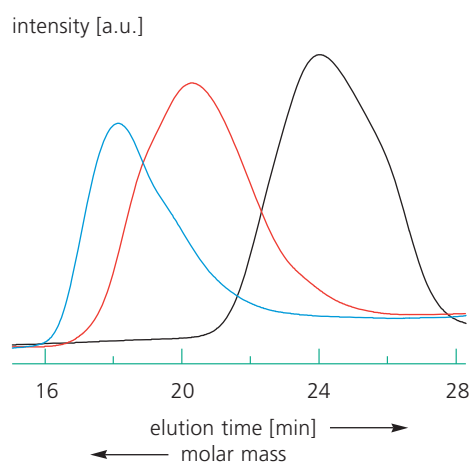
Als Kationen werden derzeit vor allem 1,3-disubstituierte Imidazolium-Derivate bevorzugt, für die in den letzten Jahren bei der Suche nach geeigneten Gegenionen große Fortschritte gemacht wurden. Als Folge werden die »klassischen« komplexen Gegenionen BF_4^- und PF_6^- zunehmend durch preiswertere und toxikologisch unbedenklichere Anionen wie Alkylsulfonate, Alkylsulfate, Alkylphosphate etc. substituiert und sind mittlerweile auch in technischen Mengen erhältlich. Das Potential von ionischen Flüssigkeiten als vorteilhafte Reaktionsmedien für die organische Feinchemie wird intensiv untersucht; erste industrielle Prozesse wurden bereits etabliert. Dagegen ist bisher wenig über ihren Einsatz in der Polymerchemie bekannt. Aber selbst die wenigen existierenden Studien lassen bereits einige interessante Aspekte erkennen wie der Einsatz von ionischen Flüssigkeiten für homogene Reaktionsgemische in (metallorganisch) katalysierten Polymerisationen oder als nicht-flüchtige niedermolekulare Additive. Wir haben jetzt untersucht, inwieweit sich Vorteile beim Einsatz von

ionischen Flüssigkeiten in der radikalischen Polymerisation (als meist verwendeter Polymerisationsmethode) ergeben. Voraussetzung für den Erfolg ist die geschickte Auswahl von Kation wie Anion, um einerseits ein chemisch inertes System zu garantieren und andererseits ein möglichst niedrigviskoses, tiefschmelzendes und die Reaktionspartner gut lösendes Medium zu erhalten. Ganz abgesehen von den allgemeinen praktischen Vorteilen, die schon angesprochen wurden, zeigte der Einsatz entsprechend ausgesuchter ionischer Flüssigkeiten bemerkenswerte Resultate. Zum einen werden extrem hohe Molmassen erzielt, die weit über den Werten liegen, die in klassischen Lösemitteln oder selbst in Substanz erreicht werden (Fig. 3). Zum anderen wird das Copolymerisations-Verhalten von an für sich schlecht verträglichen Comonomeren stark verbessert. Die chronisch schwierige Copolymerisation von sehr polaren und unpolaren Monomeren führt in ionischen Flüssigkeiten z.B. zu bemerkenswert einheitlichen Produkten mit einem balancierten Einbau aller Komponenten. Durch einfache Extraktionsverfahren gelingt es sowohl die Polymere in sauberer Form zu isolieren als auch die ionischen Flüssigkeiten effizient zu recyceln. Alternativ lassen sich die ionischen Flüssigkeiten auch als nicht-flüchtige Additive – wie Weichmacher – in die Polymere dauerhaft integrieren. Ionische Flüssigkeiten bieten also auch in der Polymersynthese vielversprechende Perspektiven.

Ionic liquids as novel solvents for polymer synthesis

The term »ionic liquids« was coined for salts with melting points below 100 °C. Their cations and anions may be organic as well as inorganic entities (Fig. 1). Although considered rather a curiosity for a long time, ionic liquids have been attracting increasing interest in recent years, as they possess some unusual properties. They are not only non-flammable, very stable at high temperatures and non-volatile but also good solvents for many organic and inorganic compounds. Importantly, their thermal and solvent properties can be tailored by appropriate modification of the individual building blocks (Fig. 2). Hence, ionic liquids represent a novel class of versatile and safe solvents. The preferred cations are currently 1,3-disubstituted imidazolium derivatives. In the search for suitable counterions, much progress has been made in replacing the »conventionally« used anions BF_4^- and PF_6^- with less expensive and less toxic alternatives such as alkylsulfonates, alkylsulfates, alkylphosphates etc. This new generation of ionic liquids has become commercially available in large quantities. The potential of ionic liquids as reaction media for the synthesis of organic fine chemicals is being intensively investigated, and the first industrial processes have already been established. On the other hand, little is known about their use in polymer chemistry. However, the few existing studies already indicate promising potential, such as the use of ionic liquids for homogeneous reaction mixtures in (organometallically) catalyzed polymerization processes or as non-volatile low-molar-mass additives. We have now investigated the possible advantages of using ionic liquids as solvents for free radical polymerization, i.e. for the most used polymerization method. The correct choice of cations and anions in the ionic liquid is crucial for success in

this application in order to guarantee a chemically inert system, while at the same time obtaining a low-viscosity, low-melting medium that is an efficient solvent for the reaction partners. Apart from the general practical advantages mentioned above, appropriately selected ionic liquids produced remarkable results in terms of the properties of the resultant polymers. Extremely high molar masses can be achieved, far beyond the values obtained in standard solvents, and even in bulk polymerization (Fig. 3). In addition, the copolymerization behavior of poorly compatible monomers can be dramatically improved. For instance, copolymerization of highly polar and apolar monomers is notoriously difficult. However, when using ionic liquids, remarkably uniform copolymers with a balanced incorporation of all components are obtained. The polymers can be isolated conveniently by simple extraction processes. This also allows efficient recycling of the ionic liquids. Alternatively, the ionic liquids may be retained in the polymers as non-volatile additives – e.g. as plasticizers. In summary, it may be said that ionic liquids offer promising potential as novel solvents for polymer synthesis.



Kontakt



Prof. Dr. André Laschewsky
Telefon: +49(0) 331 / 5 68-13 27
Fax: +49(0) 331 / 5 68-30 00
andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Dr. Eckhard Görnitz
Telefon: +49(0) 331 / 5 68-13 02
Fax: +49(0) 331 / 5 68-30 00
eckhard.goernitz@iap.fraunhofer.de

Kooperation

Dr. Veronika Strehmel,
Universität Potsdam

Literatur

- [1] V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Kraudelt, H. Wetzel, E. Görnitz: Free Radical Polymerization of Methacrylates in Ionic Liquids ACS Symp. Ser., Volume Ionic Liquids in Polymer Systems: 913 (2005) 17-36
- [2] V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Wetzel, E. Görnitz: Free Radical Polymerization of n-Butylmethacrylate in Ionic Liquids Macromolecules, 39 (2006) 932
- [3] V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Wetzel: Homopolymerization of a Highly Polar Zwitterionic Methacrylate in Ionic Liquids and Its Copolymerization with a Nonpolar Methacrylate e-Polymers no. [011] (2006)

— in $\text{H}_3\text{C}-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2-\text{SO}_3^-$ (10 wt% monomer)
— in bulk
— in toluene (10 wt% monomer)

Fig. 3: SEC-elugrams of poly(butylmethacrylate) which was polymerized in different reaction media under otherwise identical conditions (70°C, 24h, 1 mol% AIBN).

Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science«

P(OEGMA-co-MEO₂MA)

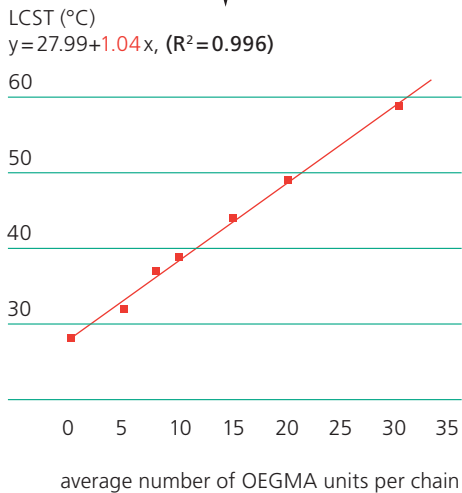
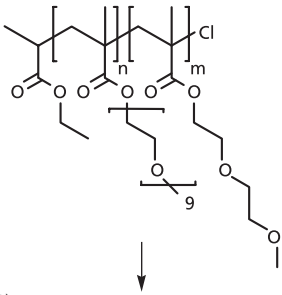


Fig. 1: Aqueous LCST as a function of polymer composition for a series of copolymers of 2-(2-methoxyethoxy)ethyl methacrylate (MEO₂MA) and oligo(ethylene glycol) methacrylate (OEGMA) with an increasing OEGMA content.

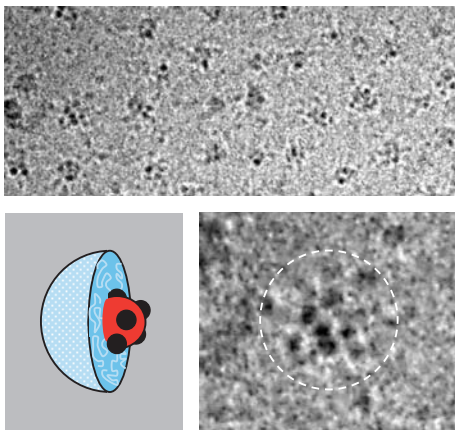


Fig. 2: Cryo-TEM micrographs and a schematic representation of the structure of multicompartement micelles obtained via self-assembly of a triblock copolymers in aqueous medium. Bar = 50 nm

Die Nachwuchsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science« ist ein Kooperationsprojekt zwischen der Max-Planck-Gesellschaft und der Fraunhofer-Gesellschaft. Genauer gesagt eine Zusammenarbeit zwischen dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung (Potsdam-Golm) und dem Fraunhofer-Institut für angewandte Polymerforschung (Potsdam-Golm). Der Zielgedanke unserer Gruppe ist, eine Brücke zwischen Polymerwissenschaft und Lebenswissenschaft zu errichten, wobei auch die Grundlagenforschung mit der Anwendungsforschung verbunden wird. Unser erstes Ziel ist es, gut definierte Makromoleküle mit einem Potential für die Lebenswissenschaften zu bilden wie zum Beispiel wasserlösliche Polymere, amphiphile Copolymere, Hybride aus synthetischen Polymeren und Biomakromolekülen, Polyelektrolyte, biologisch abbaubare Polymere oder schaltbare Polymere. Dazu benutzen wir verschiedene moderne Methoden der Synthese wie kontrollierte radikalische Polymerisation (ATRP, NMP und RAFT), kontrollierte N-Carboxyanhydrid Polymerisation, Ringöffnungspolymerisation oder »click«-Chemie. Alle diese Methoden bilden einen »makromolekularen Werkzeugkasten«, der die Synthese von Makromolekülen mit einer maßgeschneiderten molekularen Struktur ermöglicht, d.h., kontrollierte Kettenlänge, Molekulargewichtsverteilung, Aufbau, Architektur und Funktionalität. Ein gutes Beispiel dafür ist ein kürzlich von uns synthetisiertes Poly(ethylene glycol) Pfropf-Copolymer mit einer einstellbaren Thermosensitivität. Bei diesem Polymer lässt sich die untere kritische Löslichkeitstemperatur (LCST) durch einfaches Variieren der molekularen Struktur einstellen (Fig. 1). Solche innovativen Makromoleküle besitzen ein sehr hohes Potential für Anwendungen in der Biotechnologie.

Gut definierte Polymere, die mit den oben beschriebenen Methoden hergestellt werden, sind unsere Hauptbausteine für das Bilden von maßgeschneiderte Nanostrukturen und einen breiten medizinischen Anwendungsbereich wie kontrollierter Wirkstofftransport, nicht-viraler Gentransport oder Magnetische Resonanz Bildgebung. In den letzten Jahren wurden in unserem Labor verschiedene Arten von Nanostrukturen hergestellt, zum Beispiel Nanoaggregate, die es ermöglichen DNA in eine lebende Zelle zu transportieren (Polyplexe), Mikrogele für den kontrollierten Wirkstofftransport, Nanopartikel für diverse Anwendungen in der Nanobiotechnologie und Mizellare Aggregate, die ein enormes Anwendungspotential als Wirkstoffträger besitzen. In allen Fällen ist es unser Ziel, innovative, polymerbasierende Nanostrukturen zu entwickeln, die ein hohes medizinisches Anwendungspotential besitzen. Ein wichtiges Ziel auf dem Gebiet der Selbstorganisation von Copolymeren in Lösung ist außerdem das Design von neuen mizellaren Morphologien mit verbesserten Eigenschaften. So arbeiten wir im Moment an Multikompartementmizellen von amphiphilen ABC triblock Copolymeren (Fig. 2, Kooperation mit Prof. Dr. André Laschewsky). Diese neuen Mizellen können für den Wirkstofftransport im Körper sehr interessant sein, da sie verschiedene Arzneimittel gleichzeitig enthalten können bzw. sich die Freisetzung des Arzneistoffs besser steuern lässt.

Research group »Nanotechnology for Life Science«

The »Nanotechnology for Life Science« research group is a joint research program between the Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research and the Max Planck Institute of Colloids and Interfaces. Our research focuses mainly on potential applications of macromolecules in all aspects of human medicine (delivery, diagnostics, biomaterials). Thus, our main philosophy is to create a bridge between innovative fundamental polymer/materials science and the life science industry.

The first objective of our research is to prepare well-defined macromolecules with a life science potential, such as water-soluble polymers, amphiphilic copolymers, hybrids of synthetic polymers and biomacromolecules, biodegradable polymers, polymer bioconjugates, and stimuli-responsive polymers at the molecular level. To achieve this goal, we use and combine several modern methods of synthesis, such as controlled radical polymerization, living polymerization of polypeptides, ring-opening polymerization and click chemistry. All these methods constitute a »macromolecular toolbox«, which makes it possible to synthesize macromolecules with a tailor-made molecular structure (i.e. controlled chain length, molecular weight distribution, composition, architecture and functionality). A good example of our synthesis work is the recent preparation of poly(ethylene glycol) macromolecular brushes with tuneable thermosensitivity. The lower critical solution temperature (LCST) of this new polymer can be tuned as required by simply varying its molecular structure (Fig. 1). Such innovative macromolecules have a very high potential for applications in biotechnology.

Synthetic polymers are also our main building blocks for preparing innovative colloids. We design tailor-made nanostructures for a wide range of medical applications, such as controlled drug delivery, non-viral gene delivery and magnetic resonance imaging. Various types of nanostructure have been prepared in our laboratory over the last few years, such as nano-aggregates capable of transporting DNA into living cells (polyplexes), microgels for controlled drug delivery, stealth nanoparticles, which can be used for various applications in nanobiotechnology, and micellar assemblies (micelles, vesicles), which have enormous potential as nanocontainers for drug delivery. In all cases, our goal is to develop innovative polymer-based nanostructures with high application potential in medicine. A good example of this philosophy is our recent work on the preparation and characterization of multicompartment micelles (Fig. 2). This is a collaboration with Professor Laschewsky (Potsdam University, Fraunhofer IAP) and Professor Möhwald (MPI, Interfaces Department). Multicompartment micelles composed of a water-soluble shell and a segregated hydrophobic core are very interesting structures for nanobiotechnology, since the separated incompatible compartments of the hydrophobic core could enable the selective entrapment and release of various hydrophobic drugs, while the hydrophilic shell would permit stabilization of these nanostructures in physiological media.

Kontakt



Dr. Jean-Francois Lutz

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-11 27

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00

jean-francois.lutz@iap.fraunhofer.de

Förderung

DFG, BMBF nanochem, Schering AG

Kooperation

Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Universität Potsdam, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Schering AG, Qiagen GmbH Charité (Berlin), Ludwig-Maximilians-Universität (München), Université Jean Monnet, St-Etienne, Frankreich

Literatur

- [1] J.-F. Lutz, D. Schütt, S. Kubowicz: Preparation of Well-Defined Diblock Copolymers with Short Polypeptide Segments via Polymerizations of NCA; *Macromolecular rapid communications* 26, (2005), 23-28
- [2] J.-F. Lutz, H.G. Börner, K. Weichenhan: Combining Atom Transfer Radical Polymerization and Click Chemistry: a Versatile Method for Preparing End-Functional Polymers; *Macromolecular Rapid Communications*, 26, (2005), 514-518
- [3] J.-F. Lutz, A. Laschewsky: Multicompartment Micelles: Has the Long-Standing Dream Become a Reality?; *Macromolecular Chemistry and Physics* 206, (2005), 813-817
- [4] S. Kubowicz, J.-F. Baussard, J.-F. Lutz, A.F. Thünemann, H. von Berlepsch, A. Laschewsky: Observation of Multicompartment Micelles Formed via Self-Assembly of Linear ABC Triblock Copolymers in Aqueous Medium, *Angewandte Chemie International Edition*, 44, (2005), 5262-5265
- [5] J.-F. Lutz, A.F. Thünemann, R. Nehring: Preparation by Controlled Radical Polymerization and Self-Assembly via Base-Recognition of Synthetic Polymers Bearing Complementary Nucleobases, *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry*, 43, (2005), 4805-4818
- [6] J.-F. Lutz, A.F. Thünemann, K. Rurack: DNA-like »Melting« of Adenine- and Thymine-functionalized Synthetic Copolymers, *Macromolecules*, 38, (2005), 8124-8126
- [7] J.-F. Lutz, A. Hoth: Preparation of Ideal PEG Analogues with a Tunable Thermosensitivity by Controlled Radical Copolymerization of 2-(2-methoxyethoxy)ethyl Methacrylate and Oligo(ethylene glycol) Methacrylate, *Macromolecules*, 39, (2006), 893-896.

Pilotanlagenzentrum Schkopau
Pilot Plant Center Schkopau



- Ihr Partner im Bereich der
Kunststoffentwicklung
Your Partner in polymer development
- Neue polymere Flockungshilfsmittel
Novel polymeric flocculants
- Das PAZ Verarbeitungstechnikum
*Polymer processing section at the
Pilot Plant Center*

Ihr Partner im Bereich der Kunststoffentwicklung

Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und –verarbeitung

Nach 2 ½-jähriger Bauzeit wurde das Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und –verarbeitung am 22. Juni 2005 offiziell eröffnet. Im Beisein des Ministerpräsidenten des Landes Sachsen-Anhalt, Herrn Prof. Böhmer, der Ministerin für Wissenschaft und Kultur des Landes Brandenburg, Frau Prof. Wanka, dem parlamentarischen Staatssekretär des Bundesministeriums für Bildung und Forschung, Herrn Staatssekretär Kasparick und weiteren führenden Vertretern aus Politik, Wissenschaft und Wirtschaft erfuhr mit dieser Veranstaltung die Vorbereitungs- und Realisierungsphase für das Pilotanlagenzentrum seinen krönenden Höhepunkt.

Mit der entwickelten Grundkonzeption für das Pilotanlagenzentrum, breitgefächerte Möglichkeiten bei Polymersynthesetechnologie anzubieten, Polymersynthese und Polymerverarbeitung eng zu verzahnen und dieses Konzept in einem Chemiapark umzusetzen, ist im Mitteldeutschen Chemiedreieck ein anerkannter solider Eckpfeiler eines in Entwicklung befindlichen innovativen FuE-Netzwerkes für die Kunststoffindustrie entstanden. Als Forschungsdienstleister wird das Pilotanlagenzentrum in der Lage sein, Entwicklungsaufgaben für neue Polymerprodukte und Technologien entlang der gesamten Wertschöpfungskette, ausgehend vom Monomer, über die Synthese und Verarbeitung bis zum geprüften Bauteil nach Maß zu übernehmen und FuE-Arbeit von der Laborforschung bis in den Pilotmaßstab zu begleiten. Durch die gemeinsame Berufung für den Lehrstuhl für Polymerisationsreaktionstechnik an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg und der wissenschaftlichen Leitung des Zentrums mit der wissenschaftlichen Zielstellung der Vor- und Rückwärts-

simulierung von Prozessparametern und Materialeigenschaften wird den Arbeiten eine wissenschaftliche Basis gegeben.

Auf dem Weg zur Betriebsbereitschaft

Mit Ausnahme der Polyesterlinie, die derzeit noch um ein innovatives Modul ergänzt wird, konnten die Installationsleistungen im Rohrleitungsbau, in der MSR-, der Elektro- und der Prozessleittechnik sowie die Montage und der medienseitige Anschluss der Verarbeitungsmaschinen bis zum Jahresende abgeschlossen werden.

Mit zunehmendem Montagefortschritt wurde die Personalstärke auf die geplante Anzahl aufgestockt. Das Training der Mitarbeiter an den Syntheselinien und den Verarbeitungsmaschinen ist mit Funktionstests aller ca. 900 Module, Trocken- und Wasserfahrten zur Überprüfung der Abfolge gesamter Prozessabläufe, der Austestung der Vakuumsysteme, der Funktionstüchtigkeit der Kühl- und Temperierkreisläufe oder der Testung der Abgasverbrennungsanlage unter unterschiedlichen Betriebsbedingungen verbunden worden.

Die Inbetriebnahme der Verarbeitungsmaschinen (Injection Moulding Compounder IMC 1300, Compounder ZE 40, Spritzgussmaschine KM200) wurde im August abgeschlossen, so dass ab September mit der Projektarbeit begonnen werden konnte. Im Synthesetechnikum sind bisher die Inbetriebnahmearbeiten für die kontinuierliche Emulsionspolymerisationslinie, in deren Verlauf einige Optimierungen der Anlagenkonfiguration erfolgten, beendet worden. Der Inbetriebnahmezyklus wurde bereits in enger Abstimmung mit einem zukünftigen Projektpartner zur Emulsionspo-

lymerisation von Vinylchlorid gestaltet, um einen optimalen Start für Folgeprojekte zu erreichen. Auch die gegenwärtig laufenden Inbetriebnahmen der weiteren Syntheselinien werden nach gleichem Muster gestaltet, so dass mit dem Erfahrungstransfer für neue Prozesse ein Grundstein für die anschließende Projektarbeit gelegt wird.

Entwicklung fachlicher Schwerpunkte

Schwerpunkt der FuE-arbeitenden Arbeitsgruppe Polymerverarbeitung bilden seitens der Materialsysteme Composite aus Faserstoffen wie Glas- und Naturfasern oder auch partikulären Füllstoffen, Polymeren und Additiven, verbunden mit den im Technikum vorhandenen Maschinensystemen. In einem längerfristigen Industrieauftrag wird gegenwärtig der Einfluss von Verarbeitungstechnologie auf die Kennwerte der Finalbauteile durch Variation von Maschinenparametern, Polymermatrix, Füllstoff und Art der Additive untersucht. Die Material- und Bauteilbewertung erfolgt dabei durch das in diesem Verbundprojekt beteiligte Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik.

Für die Polymersynthese richtet sich das Hauptaugenmerk der Forschung und Entwicklung auf Zielstellungen im Zusammenhang mit der im Pilotanlagenzentrum installierten Hochviskostechnik. Neben Verbesserungen von Produkteigenschaften erwarten wir mit Hilfe dieser Technologie auch Beiträge zur energiesparenden und ressourcenschonenden Herstellung von Polymeren in unterschiedlichen Bereichen der Synthese von Polymeren.

Your partner in polymer development

Fraunhofer Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing

Following a 2½ -year construction period, the Fraunhofer Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing was officially opened on June 22, 2005. This ceremony, which marked the culmination of the planning and implementation phase for the Pilot Plant Center, was attended by Saxony-Anhalt's State Premier, Professor Wolfgang Böhmer, Brandenburg's State Minister for Science and Culture, Professor Johanna Wanka, the Parliamentary State Secretary to the German Federal Ministry of Education and Research, Ulrich Kasparick, and other leading representatives from the worlds of politics, science and industry.

The Pilot Plant Center has been set up in the heartland of the central German chemical industry to provide the core of an innovative R&D network for the plastics industry. The basic concept of the Pilot Plant Center is to make available wide-ranging facilities for polymer synthesis technology, allowing close integration of polymer synthesis and polymer processing, in the context of a Chemical Park. As a research provider, the Pilot Plant Center will be able to undertake targeted development work for new polymer products and technologies along the entire value chain from monomers, through synthesis and processing, to tested components. R&D support can be provided from laboratory to pilot scale. By establishing the combined post of Professor of Polymerization Reaction Technology at the Martin Luther University of Halle-Wittenberg and Scientific Director of the Pilot Plant Center, a scientific basis for research work at the Center is ensured. The common research objectives will focus on forward and backward simulation and modeling of process parameters and material properties.

Well on the way to operational readiness

Except for the polyester line, which is still being fitted with an innovative module, the installation of machinery, piping, electrical services, and control and instrumentation systems as well as the connection of supply lines to plant and equipment were completed by the end of the year.

As installation progressed, personnel capacity was increased to the planned level. Employee training on the centrally controlled synthesis lines and processing machines involved functional testing of all 900 or so modules, dry runs and water runs to check entire process sequences, testing vacuum systems, verifying the operational reliability of cooling and heating circuits, and trialing the waste gas incineration unit under different operating conditions.

Commissioning of the processing machines (injection moulding compounder IMC 1300, compounder ZE 40, injection moulding machine KM 200) was successfully completed in August, so that from September onwards project work could begin. In the synthesis plant, commissioning work has so far been finished on the continuous emulsion polymerization plant, during the course of which some optimization of plant configuration was carried out. The commissioning cycle had already been planned in close cooperation with a future project partner for emulsion polymerization of vinyl chloride to ensure an optimum start for subsequent projects. The commissioning work now being carried out on other synthesis lines is organized in the same way so that the experience acquired can be transferred to new processes, so laying an excellent foundation for subsequent project work.

Development of R&D topics

The main focus of the polymer processing research group as far as material systems are concerned is on composites produced from fiber materials (such as glass and natural fibers) or particulate fillers, polymer systems and additives. These are studied in conjunction with the machine systems available in the Pilot Plant Center. In a longer-term joint industrial project, the influence of processing technology on the properties of finished plastic components is currently being investigated by varying machine parameters as well as the polymer matrix, filler and type of additive. The materials and plastic components are being evaluated by the Fraunhofer Institute for Material Mechanics in Halle, which is also a partner in this project. In polymer synthesis research, we are concentrating attention on the high-viscosity technology installed in the Pilot Plant Center. Besides improvements in product properties, we expect this technology to contribute towards energy-saving, resource-conserving production of polymers in different areas of polymer synthesis.

Forschungsbereich Pilotanlagenzentrum Schkopau – Anwendungen und Dienstleistungen

Kontakt



Forschungsbereichsleiter
Pilotanlagenzentrum Schkopau
Dr. Mathias Hahn
Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-13 20
Telefon : +49 (0) 34 61 / 25 98-1 10
Fax : +49 (0) 3 31 / 5 68-30 00
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de

Wissenschaftlicher Leiter
Prof. Dr. Michael Bartke
Telefon : +49 (0) 34 61 / 25 98-1 20
michael.bartke@iap.fraunhofer.de

Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum
Polymersynthese und -verarbeitung PAZ
ValuePark A 74
06258 Schkopau

www.polymer-pilotanlagen.de

Leistungsangebot

- Entwicklung/Anpassung von Polymersystemen im Labormaßstab und verfahrenstechnische Überführung in die Pilotanlagen (bis zu 500l Reaktorvolumen)
- Technologische Optimierung von Reaktionsführungen
- Auftragssynthese: Herstellungen von Klein- und Testchargen
- Entwicklung von Kunststoff-compounds
- Austestung und Optimierung von Compoundier- und Verarbeitungsprozessen
- Ermittlung der Materialstruktur und Korrelation mit den Eigenschaften

Pilot Plant Synthese

Ausrüstung

- Lösungspolymerisation
- Emulsionspolymerisation (kontinuierlich, Batch)
- Suspensionspolymerisation
- Massepolymerisation (kontinuierlich, Batch)
- Hochviskosetechnologie (Ein- und Doppelwellenknetter)
- Begasungs-/Hydrierreaktor

Designparameter der Synthesereaktoren

- Reaktorvolumina: 40 bis 650l
- Betriebsdruck: -1 bis 100bar
- Betriebstemp.: -25 °C bis 350 °C
- Durchsatz: 5 bis 100 kg/h
- Endviskositäten: bis 40.000 Pas

Pilot Plant Verarbeitung

Technische Parameter der Verarbeitungsmodulare

- Schussgewicht: 50 g bis 5 kg
- Spritzguss mit zweiter Komponente
- Hinterspritzen möglich
- Compoundieren bis 400 kg/h

Ausrüstung

- Injection Moulding Compounder KM 1300 – 14000 IMC (Schließkraft 1300 Tonnen)
- Gleichlaufende parallele Doppelschneckenextruder unterschiedlicher Größe ZE 40
- Spritzgießmaschine KM 200 (Schließkraft 200 Tonnen)

Research division pilot plant center Schkopau – applications and services

Services provided

- Development and adaptation of polymer systems in laboratory scale and scale up studies (up to a reactor volume of 500l)
- Technological optimization of polymerisation processes
- Syntheses on order: production of small and test batches
- Design of polymer compounds
- Testing and optimization of compounding and processing methods
- Characterization of the structure of the compound and correlation to the properties

Pilot plant synthesis

Equipment

- Solution polymerization
- Emulsion polymerization (continuous, batch)
- Suspension polymerization
- Bulk polymerization (continuous, batch)
- High viscosity technology (single screw and twin screw kneader)
- Gassing/Hydrogenating reactor

Design parameters of synthesis reactors

- Reactor volume: 40 to 650 litres
- Operating pressure: -1 to 100 bars
- Operating temp.: -25 °C to 350 °C
- Throughput: 5 to 100 kg/hrs
- Final viscosities: up to 40.000 Pas

Pilot plant processing

Technical parameters of the processing equipment

- Shot: 50 g to 5 kg
- Injection moulding with second component
- In-mould laminating possible
- Compounding up to 400 kg/hrs

Equipment

- Injection moulding compounder KM 1300 – 14 000 IMC closing force 1.300 tons
- Parallel twin-screw extruder ZE 40
- Injection moulding machine KM 200 (closing force 200 tons)

Contact



Division director
Pilot plant center Schkopau
Dr. Mathias Hahn
 Fon: +49 (0) 331 / 5 68-13 20
 Fon: +49 (0) 34 61 / 25 98-1 10
 Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
 mathias.hahn@iap.fraunhofer.de

Scientific director
Prof. Dr. Michael Bartke
 Fon: +49 (0) 34 61 / 25 98-1 20
 michael.bartke@iap.fraunhofer.de

Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum
 Polymersynthese und -verarbeitung PAZ
 ValuePark A 74
 06258 Schkopau
 Germany

www.polymer-pilotplants.com

Neue polymere Flockungshilfsmittel

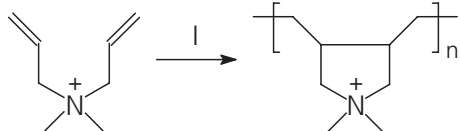


Fig. 1: Cyclopolymerisation of DADMAC

x-axis = stirring time [s]
y-axis = CST in [s]

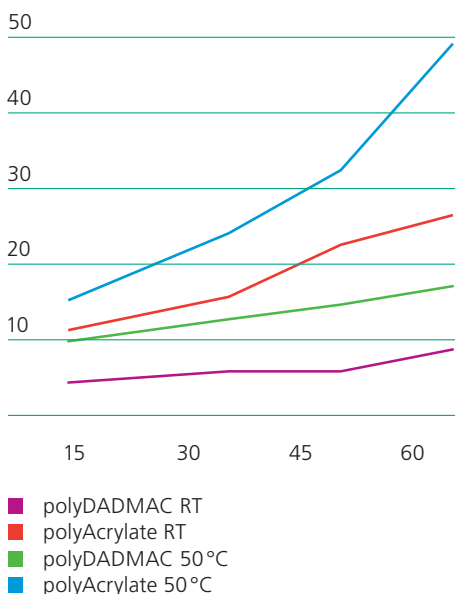


Fig. 2: CST values for the novel polyDADMAC and for a commercial flocculant at different temperatures (ideal CST: little above 10s, little change with stirring time)

Polyelektrolyte in Fest-Flüssig-Trennprozessen

Fest-Flüssig-Trennprozesse spielen unter anderem in der Abwassertechnologie und der Papierherstellung eine Rolle. Für die rationelle Gestaltung der Prozesse werden kationische Polyelektrolyte als Flockungshilfsmittel benötigt. Zur Zeit beherrschen Copolymere aus Acrylamid und kationischen Acrylestern den Markt. Diese werden zum überwiegenden Teil als inverse Emulsionen hergestellt und vertrieben, da sich auf diesem Weg die erforderlichen hohen Molekulargewichte problemlos erzeugen lassen. Obwohl diese Flockungshilfsmittel in der Mehrzahl der Anwendungen zufriedenstellende Ergebnisse zeigen, sind sie mit einigen Problemen behaftet: bei einem pH-Wert oberhalb 7 – wie er in den zu flockenden Systemen häufig vorliegt – hydrolysieren die Acrylate. Zudem wird in absehbarer Zukunft keine landwirtschaftliche Nutzung von Klärschlämmen, die Acrylamid oder Mineralöle enthalten, mehr möglich sein. Daher existiert ein erheblicher Bedarf an alternativen Flockungshilfsmitteln, die hydrolysestabil und frei von Acrylamid bzw. Mineralölen sein und vorzugsweise in Form eines schnelllöslichen Granulats vorliegen sollten.

Verfahren zur Herstellung alternativer Flockungshilfsmittel

Hydrolysestabile kationische Polymere lassen sich aus dem Monomer Diallyldimethylammoniumchlorid (DADMAC, Fig. 1) herstellen. Die Molmasse dieser Polymere ist jedoch kinetisch auf ca. 400.000 g/mol begrenzt. Zwei Strategien erwiesen sich als geeignet, um diese Beschränkung in einem neuen Polymerisationsverfahren zu überwinden:

der Zusatz eines speziellen bifunktionellen Monomers und die Initiierung mit Hilfe eines maßgeschneiderten Redoxsystems, das die Re-Initiierung bereits gebildeter Polymerketten erlaubt. Die Kombination beider Prinzipien in einer inversen Emulsionspolymerisation führt zu Molmassen deutlich oberhalb 1×10^6 g/mol (Mw). Der Prozess wurde in den Pilotmaßstab überführt.

Die neuen Flockungshilfsmittel zeigen gute Wirksamkeiten vor allem dort, wo der Einsatz von Polyacrylaten zu Problemen führt: bei extremen pH-Werten oder Salzgehalten und bei Temperaturen > 40 °C (Fig. 2). Sie sind jedoch nicht in der Lage, die kommerziellen Flockungshilfsmittel vollständig zu ersetzen, da die Molmassen noch nicht ausreichend hoch sind. Zudem enthalten sie noch immer Mineralöle. Aus diesem Grund entwickeln wir momentan ein Verfahren, das es erlaubt, die Molmassen zu erhöhen und die inversen Emulsionen zu Granulaten zu trocknen. Hierbei wird eine Polymerdispersion in einem Knetter unter Zusatz eines bifunktionellen Monomers auspolymerisiert. Aufgrund der hohen Scherkräfte im Knetter kann der Vernetzer in die Polymerpartikel eindringen, was durch die hohe Viskosität der Polymerpartikel unter normalen Bedingungen verhindert wird. An die Reaktion schließt sich ein Trocknungsschritt an, bei dem Wasser und Öl entfernt werden. Das abdestillierte Öl ist wiederverwendbar. Der Restwassergehalt, der ein entscheidender Parameter für die Löslichkeit des Granulates ist, kann eingestellt werden. Erste Ergebnisse zeigen, dass es bei adäquater Wahl der Bedingungen gelingt, den Vernetzer effektiv einzubauen und so das Molgewicht des Granulates verglichen mit dem der entsprechenden Ausgangsdispersion zu steigern.

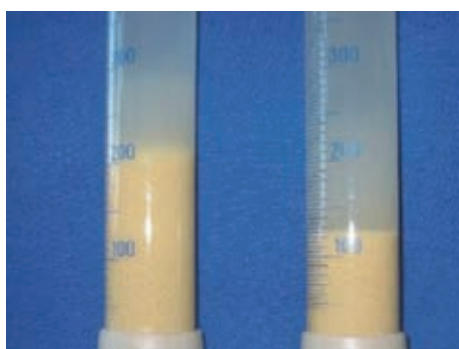


Fig. 3: Flocculation of kaolin with a commercial (left) and the novel polyDADMAC (right)

Novel polymeric flocculants

Polyelectrolytes in solid-liquid separation processes

Solid-liquid separation is of considerable importance in waste water technology as well as in papermaking. The economic execution of such separation processes requires the use of cationic polyelectrolytes as flocculation aids. Currently copolymers from acrylamide and cationic acrylic esters are market-leading. Most of them are produced and supplied as inverse emulsions since this is the most economic way to achieve the high molecular weights required. Although these flocculants work well in the majority of applications they entail some serious disadvantages: Acrylic polymers are sensitive to hydrolysis at pH-values above 7 which are often present in the systems to be treated. Moreover, strong restrictions concerning the agricultural use of sewage sludge containing acrylamide or mineral oils will come into effect in the near future. Hence, there subsists a strong demand for alternative flocculants, which should be hydrolytically stable, free of acrylamide and mineral oils, preferably in the form of a readily soluble granulate.

Preparation processes for alternative polymeric flocculants

Hydrolytically stable cationic polymers are accessible using diallyldimethylammonium chloride (DADMAC; Fig. 1). However, their molecular weight is kinetically limited to about 400.000 g/mol. We have been developing a polymerization process to overcome this limitation. Two strategies are applied: the addition of special bifunctional monomers and a specially-tailored redox-initiation system which enables the reinitiation of polymer chains already formed. The

combination of these approaches in an inverse emulsion polymerization led to polymers with molecular weights notably higher than 1×10^6 g/mol (Mw). The process has been transferred to pilot scale.

The novel flocculants possess good efficacy in systems difficult to treat with acrylics (extreme pH-values and/or high salt contents, temperatures >40 °C, Fig. 2). However, since the molecular weights are still not sufficiently high, the novel polyDADMAC is not yet able to completely replace commercial flocculants. Moreover, the products still contain mineral oil. For this reason we are currently developing a process to enhance the molecular weight of the polymers and dry the inverse dispersions to granular flocculants. The process is conducted in a double screw kneader. An inverse polymeric dispersion with incomplete conversion is subjected to further polymerization within the kneader under addition of bifunctional monomers. Due to the extremely high shearing power of the kneader the bifunctional monomers may enter the polymeric particles, which – because of the high viscosity of the particles – does not happen under normal conditions. This procedure is subsequently followed by a drying process at elevated temperatures and lowered pressure. Water and oil are evaporated. The residual water content, which is an important factor for the solubility of the granulate, can be adjusted. The evaporated oil can be recovered and re-used in inverse emulsion polymerization. First results show that an adequate adaption of the conditions leads to an incorporation of the cross-linkers and to higher molecular weights of the granular polymers compared to the respective emulsion polymers.

Kontakt



Dr. Antje Lieske

Telefon : +49 (0) 331 / 5 68-13 29
antje.lieske@iap.fraunhofer.de

Förderung

BMBF 01RC0101-03

Kooperation

HWT Wassertechnische Anlagen GmbH,
Erzhausen
Katpol Chemie GmbH, Bitterfeld

Patent

W. Jaeger, M. Hahn, A. Lieske, H. Korth,
R. Staeck, A. Scordialo:
Wasserlösliche verzweigte Blockcopolymer
DE 102 14 087 A1

Das PAZ Verarbeitungstechnikum

Ziel der Arbeiten im Bereich Polymerverarbeitung ist die Entwicklung von Polymercomposites für maßgeschneiderte Produkte. Durch gezielte Einarbeitung von Verstärkungsmaterialien zur Erhöhung des Materialeigenschaftsniveaus z.B. für Leichtbaustrukturen werden neue Materialkompositionen entwickelt. Eine entsprechende Verarbeitungstechnologie wird ausgelegt bzw. optimiert und industriekompatibel umgesetzt. Die für die Materialentwicklung aber auch für die Technologieoptimierung notwendige Ermittlung der Materialstruktur und die Korrelation mit den Eigenschaften sowie die Bewertung der Bauteile am Ende der Wertschöpfungskette erfolgt in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IWM.

Das Verarbeitungstechnikum des Pilotanlagenzentrums verfügt für die Compoundierung über einen klassischen Doppelschneckenextruder und über die modernste auf dem Markt verfügbare Technologie: einen Injection Moulding Compounder KM 1300-14000 IMC (Schließkraft 1300 t) der Firma Krauss Maffei. Mit dieser neuen Technologie können reale Bauteile wie beispielsweise front ends für die Automobilindustrie

hergestellt werden. Der gleichlaufende parallele Doppelschneckenextruder ZE 40 (Durchsatz 400 kg/h) und eine Spritzgießmaschine KM 200 (Schließkraft 200 t) bieten eine gute Grundlage für anstehende Verarbeitungsaufgaben. Beim Compoundieren wird neben Polymeren auch eine breite Palette von Fasermaterialien und Füllstoffen – von Glasfasern über Holz bis zu Nanoteilchen unterschiedlicher stofflicher Basis verarbeitet. Auch für die entsprechenden Zuführ- und Dosierschritte stehen modernste Ausrüstungen zur Verfügung. Speziell entwickelte Faserzufuhraggregate werden derzeit in Betrieb genommen, erprobt und gegebenenfalls weiterentwickelt. Auf diese Weise wird ein Teilziel des Kooperationsprojektes mit den Firmen Krauss-Maffei und Berstorff, die speziell auf unterschiedlich beschaffene Faserstoffe zugeschnittene Anlagenentwicklung, umgesetzt. Die seit der Eröffnung des PAZ laufenden Untersuchungen zur Ermittlung von Prozessfenstern und technologischen Parametern verlaufen nach Plan und ergeben die Grundlage für die im Rahmen der Zusammenarbeit zu erarbeitende fundierte Wissens- und Datenbasis für die Realisierung maßgeschneiderter Bauteile auf dem IMC nach Kundenanforderung mit produkt- und kostenoptimalen Kennwerten und Prozessparametern.

Für die Mitarbeiter ist die Bearbeitung von ersten Aufträgen im Bereich Compoundierung u.a. auch von Unternehmen aus dem Value Park besonders erfreulich. Weitere Leistungen sind bereits nachgefragt.



Fig. 1: Injection Moulding Compounder Krauss Maffei

Polymer processing section at the Pilot Plant Center

The objective of research work in the polymer processing section is to develop polymer composites for tailor-made products. By selective incorporation of reinforcing materials to increase the level of material properties, e.g. for lightweight structures, new material composites are developed. Suitable processing technology is designed and optimized and scaled up ready for industrial operation. For material development and technology optimization, it is important to determine material structures, establish correlations with material properties and evaluate the components at the end of the value chain. These activities are carried out in collaboration with the Fraunhofer Institute for Material Mechanics (IWM).

For compounding, the polymer processing section at the Pilot Plant Center has a conventional twin-screw extruder and the very latest technology available on the market: a KM 1300-14000 IMC Injection molding compounder (clamping force 1300 t) manufactured by Krauss-Maffei. With this new technology, real components, such as front ends for the automotive industry, can be produced. A ZE 40 co-rotating, parallel twin-screw extruder (output 400 kg/h) and a KM 200 injection molding machine (clamping force 200 t) provide a good basis for upcoming processing tasks. In compounding, a wide range of fiber materials and fillers – from glass and wood fibers to nanoparticles of different materials – are processed. The very latest equipment is also available for the relevant feed and metering steps. Specially developed fiber feed

units are currently being commissioned, trialed and, if necessary, further developed. In this work, we are achieving one of the aims of a cooperation project with Krauss-Maffei and Berstorff, which is to tailor plant development specially to different fiber materials. The tests to determine processing windows and technological parameters, which have been running since the Pilot Plant Center opened, are going according to plan. They are providing the sound knowledge and data base we need for the cooperation project in order to tailor equipment components to the IMC according to customer requirements with product- and cost-optimized technical characteristics and processing parameters.

For the employees, processing the first compounding orders, including some from companies in the Value Park, is particularly pleasing. Inquiries about other work have already been received.

Kontakt



Dr. Peter Lühe

Telefon : +49 (0) 34 61 / 25 98-3 10
peter.luehe@iwmm.fraunhofer.de



Fig. 2: Twin Screw Extruder Berstorff ZE40

Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile

Die Institute des Fraunhofer- Verbunds Werkstoffe, Bauteile

Fraunhofer EMI

Institut für Kurzzeiddynamik, Ernst-Mach-Institut

Fraunhofer IAP

Institut für Angewandte Polymerforschung

Fraunhofer IBP

Institut für Bauphysik

Fraunhofer ICT

Institut für Chemische Technologie

Fraunhofer IFAM

Institut für Fertigungstechnik
und Angewandte Materialforschung

Fraunhofer IKTS

Institut für Keramische Technologien
und Systeme

Fraunhofer ISC

Institut für Silicidforschung

Fraunhofer ISE

Institut für Solare Energiesysteme

Fraunhofer IWM

Institut für Werkstoffmechanik

Fraunhofer IZFP

Institut für Zerstörungsfreie Prüfverfahren

Fraunhofer LBF

Institut für Betriebsfestigkeit und
Systemzuverlässigkeit

Fraunhofer WKI

Institut für Holzforschung

Gastinstitut:

Fraunhofer ITWM

Institut für Techno- und Wirtschaftsmathematik

Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile bündelt die Kompetenzen der materialwissenschaftlich orientierten Institute der Fraunhofer-Gesellschaft und des Fraunhofer-Instituts für Techno- und Wirtschaftsmathematik als ständigem Gastmitglied.

Fraunhofer-Materialforschung umfasst die gesamte Wertschöpfungskette von der Entwicklung neuer und der Verbesserung bestehender Materialien über die Herstelltechnologie im industriellen Maßstab, die Charakterisierung der Eigenschaften bis hin zur Bewertung des Einsatzverhaltens. Entsprechendes gilt für die aus den Materialien hergestellten Bauteile und deren Verhalten in Systemen. In all diesen Feldern werden neben den experimentellen Untersuchungen in Labors und Technika gleichrangig die Verfahren der numerischen Simulation und Modellierung eingesetzt. Stofflich deckt der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile den gesamten Bereich der metallischen, anorganisch-nichtmetallischen, polymeren und aus nachwachsenden Rohstoffen erzeugten Werkstoffe ab.

Mit Schwerpunkt setzt der Verbund sein Know-how in den volkswirtschaftlich bedeutenden Handlungsfeldern Energie, Gesundheit, Mobilität, Informations- und Kommunikationstechnologie sowie Bauen und Wohnen ein, um über maßgeschneiderte Werkstoff- und Bauteilentwicklungen Systeminnovationen zu realisieren.

Mittelfristige Schwerpunktthemen des Verbundes sind unter anderem:

- Steigerung der Effizienz von Systemen der Energiewandlung und Energiespeicherung
- Verbesserung der Biokompatibilität und Funktion von medizin- oder biotechnisch eingesetzten Materialien
- Erhöhung der Integrationsdichte und Verbesserung der Gebrauchseigenschaften von Bauteilen der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik
- Erhöhung von Sicherheit und Komfort sowie Reduzierung des Ressourcenverbrauchs in den Bereichen Verkehrstechnik, Maschinen- und Anlagenbau.

Vorsitzender des Verbundes

Dr. Ulrich Buller,
Fraunhofer IAP

Stellvertretender Vorsitzender des Verbundes

Prof. Dr. Holger Hanselka,
Fraunhofer LBF

Assistentin des Verbundes

Katja Okulla,
Fraunhofer IAP
Wissenschaftspark Golm
Geiselbergstraße 69
14476 Potsdam
Telefon : +49 (0) 331/5 68-11 51
Fax : +49 (0) 331/5 68-25 51
katja.okulla@iap.fraunhofer.de

Ausführliche Informationen unter:
www.vwb.fraunhofer.de

Fraunhofer Materials and Components Group

Member-Instituts of the Materials and Components Group

Fraunhofer EMI

Institute for High-Speed Dynamics,
Ernst-Mach-Institute

Fraunhofer IAP

Institute for Applied Polymer Research

Fraunhofer IBP

Institute for Building Physics

Fraunhofer ICT

Institute for Chemical Technology

Fraunhofer IFAM

Institute for Manufacturing Technology and
Applied Materials Research

Fraunhofer IKTS

Institute for Ceramic Technologies and Systems

Fraunhofer ISC

Institute for Silicate Research

Fraunhofer ISE

Institute for Solar Energy Systems

Fraunhofer IWM

Institute for Mechanics of Materials

Fraunhofer IZFP

Institute for Nondestructive Testing

Fraunhofer LBF

Institute for Structural Durability
and System Reliability

Fraunhofer WKI

Institute for Wood Research

Guest Institute:

Fraunhofer ITWM

Institute for Industrial Mathematics

The Fraunhofer Materials and Components Group pools the expertise of 12 Fraunhofer Institutes that are specially concerned with materials science and also receives input from the Fraunhofer Institute for Industrial Mathematics, which is a permanent guest member of the Group.

Fraunhofer materials research extends across the entire value chain, from new material development and improvement of existing materials through quasi-industrial-scale manufacturing technology to the characterization of properties and assessment of service behavior. The same research scope applies to the components made from these materials and the way they function in systems.

The Group focuses its expertise on the economically important fields of energy, health, mobility, information/communication technology and construction/living. Our aim is to achieve system innovations through targeted material and component developments. In all these fields, we rely equally on laboratory/pilot-plant studies and numerical simulation/modelling. The Fraunhofer Materials and Components Group covers the entire range of materials and their composites, including metallic, inorganic/non-metallic, polymeric and renewable materials.

Some areas in which the group is concentrating its efforts in the medium term include:

- boosting the efficiency of power conversion and energy storage systems
- improving the biocompatibility and functioning of materials used for medical technology or biotechnology
- increasing the integration density and improving the service properties of components used in microelectronics and microsystem technology
- enhancing safety and comfort while reducing the consumption of resources in transport engineering and machine and plant construction.

Chairman of Fraunhofer Materials and Components Group

Dr. Ulrich Buller,
Fraunhofer IAP

Deputy Chairman

Prof. Dr. Holger Hanselka,
Fraunhofer LBF

Group assistance

Katja Okulla,
Fraunhofer IAP
Wissenschaftspark Golm
Geiselbergstraße 69
14476 Potsdam
Germany
Telefon : +49 (0) 331/5 68-11 51
Fax : +49 (0) 331/5 68-25 51
katja.okulla@iap.fraunhofer.de

For detailed information
please look at:

www.materials-development.com

Promotionen *Doctorates*

Design and Characterization of Multicompartment Micelles in Aqueous Solution

Stephan Kubowicz

Self-assembly of polymeric building blocks is a powerful tool for the design of novel materials and structures that combine different properties and may respond to external stimuli. In the past decades, most studies were focused on the self-assembly of amphiphilic diblock copolymers in solution. The dissolution of these block copolymers in a solvent selective for one block results mostly in the formation of micelles. The micellar structure of diblock copolymers is inherently limited to a homogeneous core surrounded by a corona, which keeps the micelle in solution. Thus, for drug-delivery applications, such structures only offer a single domain (the hydrophobic inner core) for drug entrapment. However, multicompartment micelles composed of a water-soluble shell and a segregated hydrophobic core are novel, interesting morphologies for applications in a variety of fields including medicine, pharmacy and biotechnology. The separated incompatible compartments of the hydrophobic core could enable the selective entrapment and release of various hydrophobic drugs while the hydrophilic shell would permit the stabilization of these nanostructures in physiological media. However, the preparation and control of stable multicompartment micellar systems are in the first stages and the number of morphological studies concerning such micelles is rather low. Thus considerably little is known about their exact inner structures. In the present study, we concentrate on four different approaches for the preparation of multicompartment micelles by self-assembly in aqueous media. A

similarity of all approaches was that hydrocarbon and fluorocarbon blocks were selected for all employed copolymers since such segments tend to be strongly incompatible, and thus favor the segregation into distinct domains. Our studies have shown that in three cases the self-assembly of the utilized copolymers in aqueous solution leads to the formation of multicompartment micelles. As expected, the shape and size of the micelles depends on the molecular architecture and to some extent also on the way of preparation. These novel structured colloids may serve as models as well as mimics for biological structures such as globular proteins, and may open interesting opportunities for nanotechnology applications.

The Synthesis of Well-Defined Functional Homo- and Block Copolymers in Aqueous Media via Reversible Addition-Fragmentation Chain Transfer (RAFT) Polymerization

Murat Mertoglu

New chain transfer agents based on dithiobenzoate and trithiocarbonate for free radical polymerization via Reversible Addition-Fragmentation chain Transfer (RAFT) were synthesized. The new compounds bear permanently hydrophilic sulfonate moieties which provide solubility in water independent of the pH. One of them bears a fluorophore, enabling unsymmetrical double end group labeling as well as the preparation of fluorescent labeled polymers. Their stability against hydrolysis in water was studied, and compared with the most frequently employed water-soluble RAFT agent 4-cyano-4-thiobenzoylsulfanylpentanoic acid dithiobenzoate, using UV-Vis and ¹H-NMR

spectroscopy. An improved resistance to hydrolysis was found for the new RAFT agents, providing good stabilities in the pH range between 1 and 8, and up to temperatures of 70 °C. Subsequently, a series of non-ionic, anionic and cationic water-soluble monomers were polymerized via RAFT in water. In these experiments, polymerizations were conducted either at 48 °C or 55 °C, that are lower than the conventionally employed temperatures (>60 °C) for RAFT in organic solvents, in order to minimize hydrolysis of the active chain ends (e.g. dithioester and trithiocarbonate), and thus to obtain good control over the polymerization. Under these conditions, controlled polymerization in aqueous solution was possible with styrenic, acrylic and methacrylic monomers: molar masses increase with conversion, polydispersities are low, and the degree of end group functionalization is high. But polymerizations of methacrylamides were slow at temperatures below 60 °C and showed only moderate control. The RAFT process in water was also proved to be a powerful method to synthesize di- and triblock copolymers including the preparation of functional polymers with complex structure, such as amphiphilic and stimuli-sensitive block copolymers. These include polymers containing one or even two stimuli-sensitive hydrophilic blocks. The hydrophilic character of a single or of several blocks was switched by changing the pH, the temperature or the salt content, to demonstrate the variability of the molecular designs suited for stimuli-sensitive polymeric amphiphiles, and to exemplify the concept of multiple-sensitive systems. Furthermore, stable colloidal block ionomer complexes were prepared by mixing anionic surfactants in aqueous media with a double hydrophilic block copolymer synthesized via RAFT in wa-

ter. The block copolymer is composed of a noncharged hydrophilic block based on polyethylene glycol and a cationic block. The complexes prepared with perfluoro decanoate were found so stable that they even withstand dialysis; notably they do not denature proteins. So, they are potentially useful for biomedical applications in vivo.

Light-induced generation of optical anisotropic films based on multifunctional polymers

Regina Rosenhauer

The work presents the light-induced orientation of multifunctional polymers, which can be used for the preparation of optical films in liquid crystal displays (LCDs). Polymers containing at least one mesogenic and one photosensitive side group were developed for this approach. The side groups of such specially designed polymers show properties, which allow the orientation of the whole polymer film. Firstly, isotropic films of the polymeric material were irradiated using a small dose of linearly polarised light. So, a photochemical reaction on the light-sensitive group takes place and results in the generation of »orientational seeds«. The complete orientation of the polymer film takes place applying a secondary thermal step which aligns the mesogenic groups near to these »orientational seeds«. In this way highly anisotropic films are generated. This method was called two-step-bulk-orientation process. The photoreaction of different light-sensitive groups, such as azobenzene, stilbene, cinnamic ester and their ability to orient liquid crystalline polymers

were investigated in this thesis. The orientation process was optimized using suitable irradiation conditions. The efficiency of the orientation was analyzed measuring the angular dependent absorbance and the birefringence of the material due to the ordering procedure. It was shown, that a light-induced orientation is practicable in a high amount of different liquid crystalline polymers. So, for the first time it was found, that the generation of a high optical anisotropy is achieved as result of the rearrangement of the Photo-Fries-Reaction. Moreover, a new light-sensitive group based on donor-acceptor substituted ethylene was developed, which is colourless and allow the orientation and reorientation using polarized UV light.

Moreover, polymers were developed, which contain fluorescent groups in addition to the photo-sensitive and mesogenic units. The selection of suitable fluorophores was carried out with respect to their anisometric shape, their order parameter in a low molecular liquid crystalline mixture and their photostability. The orientational behavior of selected fluorophores in six terpolymers and in two copolymers were investigated. The principle of the ordering is based on the cooperative orientation of the side groups. In this way the verification of the cooperativity of the process plays an important role in this work.

It was shown, that anisotropic films can be fabricated by means of the light-induced bulk-orientation, which is characterized by an angular selective fluorescence and absorption in the UV or visible region. The fluorescence was completely quenched by some light-sensitive groups. In this way the anisotropic films became optional coloured, fluorescent or colourless and can be patterned in small anisotropic

pixels of some micrometers. So, the developed multifunctional materials and the ordering method open new possibilities for the generation of different types of optical films in LCDs.

Cationic copolymers for the receptor-mediated gene transfer

Nathalie Sieverling

The goal of this work was the development of new non-viral gene transfer systems for the somatic gene therapy. For these non-viral gene vectors (polycation-DNA-complexes) on the base of ligand-functionalized polycations were synthesized, characterized and tested in transfection trials on different cell cultures (HepG2, HeLa, 16HBE). In preliminary investigations PEI-g-PEO copolymers with different grafting densities of poly(ethylene oxide) PEO8 were synthesized and characterized. This was followed by modification of PEI and the copolymer PEI-g-PEO(20) with specific receptor ligands for transfection studies to the cell lines mentioned above. Folic acid (transfection at HeLa cells), triiodo-L-thyronine (HepG2 cells) and the uronic acids of galactose, mannose, glucose as well as the lactobionic acid (HeLa, HepG2 and 16HBE cells) were used as ligands. The coupling of the ligands was performed either without a spacer or via PEO side chains and was realized by carbodiimids. The PEI and the grafted copolymers PEI-g-PEO as well as the ligand-functionalized copolymers were characterized regarding to their chemical composition and molecular parameters. Molar masses from sedimentation rate experiments of the AUC were obtained within the range of 35.000 to 70.000 g/mol. The molar mass investigations

Promotionen *Doctorates*

by means of SEC-MALLS revealed that after the grafting process both copolymers with heterogeneous chemical composition and unmodified PEI were present. The polydispersity of all PEI-g-PEO(20) based copolymers increased significantly compared with unmodified PEI. The molar masses increased with higher conversion degree as expected. The highly-substituted products exhibited an increasingly more compact structure in aqueous solution. The following transfection studies were accomplished with the help of a luciferase reporter genes at the cultures HepG2 (liver cancer cells), HeLa (cervix cancer cells) and 16HBE (lung epithelium cells). The grafted copolymers PEI-g-PEO were compared to the unmodified PEI vector in transfection experiments. Here an almost identical transfer efficiency compared to the unmodified PEI vector could be maintained accompanied by reduced toxicity up to a PEO content of 17% w/w.

Folic acid copolymers were tested on HeLa cells in further vector studies. All folic acid vectors showed a maximum in the transfection at a N/P ratio (complex of polycation with DNA) of 2.5 and/or 5.0, which refers to a receptor-mediated endocytosis. However, no receptor-mediated endocytosis was observed in transfection. A similar transfection behavior was observed with the T3 vectors on HepG2-cells dependent on the N/P ratio. The hypothetical receptor-mediated endocytosis could be confirmed within the T3-functionalized vectors by appropriate T3 excess experiments. Herein the transfer efficiency of the T3 gene vectors decreased significantly while adding free low-molecular weight triiodo-L-thyronine. In contrast to this the transfer efficiency of the unmodified PEI vector decreased only negligi-

bly. A receptor-mediated endocytosis was also confirmed by fluorescence microscopy investigation of T3-functionalized aminodextranes at transfection of HepG2 cells. Subsequently, the T3 vectors were tested at mice in vivo. Here high transfer efficiencies in comparison to the unmodified PEI vector were determined particularly in the spleen as well as in the kidneys and thyroid. The T3 vectors should be suitable for a gene transfer into hepatocytes. The vectors with uronic acid conjugates as ligands (galacturonic, glucuronic and lactobionic acid) did not show significant deviations in the transfer efficiencies in comparison to the PEI vector. In contrast to this the vectors with mannuronic acid exhibit a constant high transfer efficiency at the three cell cultures HepG2, HeLa and 16HBE. They are more efficient than the PEI vector over the examined N/P range. Here the transfection proceeds independently of the charge of the complex (N/P ratio). This transfection behavior could be prevented by blocking the glycosidic OH groups of the Man vector. A receptor-mediated endocytosis of the Man vectors at the three examined cell lines (HepG2, HeLa, 16HBE) could be verified by means of transfection experiments with an excess of free mannuronic acid and fluorescence microscopic investigations. In continuing studies new gene vectors on the base of cationic starch graft copolymers were synthesized and tested in transfection studies at HepG2 and 16HBE cells. Beyond that peptide-functionalized PEI vectors, which exhibit a nuclear localization sequence (TAT), were established and their transfection in vitro was determined. Compared to the PEI vector lower transfections of the vectors on the base of cationic starch graft copolymers was observed. However

an increase is expected by coupling with T3 and mannuronic acid ligands.

Ethene/Styrene-Terpolymers: Synthesis, Structure and Properties

Daniela Pollmächer

The characteristics of polymers can be modified by the use of monomers. For selected ethene-styrene-copolymers the molecular, thermal and mechanical behavior was modified by terpolymerization with different α -olefines, cycloolefines and α,ω -dienes. A special titanium constrained geometry catalyst and a boron co-catalyst from the DOW chemical company were used as catalytic system for these terpolymerizations. The used monomers changed the incorporation of each monomer in the polymer chain as well as the glass transition temperature and polymer strength. The incorporation of the α -olefines and α,ω -dienes decreases both the glass transition temperature and the polymer strength. In comparison to these monomers the incorporation of cycloolefines influenced the polymer properties only for one monomer significantly. Besides the modification of the ethene-styrene-copolymer the catalytic system was used to synthesize ethene-norbornene-copolymers. Using NMR-spectroscopy no norbornenediades, -triades or higher norbornene-norbornene couplings could be found. For two selected ethene-norbornene-copolymers the thermal and mechanical behaviour was varied by the incorporation of styrene.

Wissenschaftliche Zusammenarbeit

Scientific Cooperation

Fraunhofer-Institute

Fraunhofer FEP

Institut für Elektronenstrahl- und Plasmatechnik, Dresden

Fraunhofer ICT

Institut für chemische Technologie, Pfinztal (Berghausen)

Fraunhofer IFAM

Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung, Klebtechnik und Oberflächen, Bremen

Fraunhofer IGB

Institut für Grenzflächen und Bioverfahrenstechnik, Stuttgart

Fraunhofer IPA

Institut für Prozesstechnik und Automatisierung, Stuttgart

Fraunhofer IPMS

Institut für photonische Mikrosysteme, Dresden

Fraunhofer ISC

Institut für Silikatforschung, Würzburg

Fraunhofer ISE

Institut für Solare Energiesysteme, Freiburg

Fraunhofer IVV

Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung, Freising

Fraunhofer IZM

Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration, Berlin/München

Universitäten/Hochschulen

Brandenburgische Technische Universität Cottbus, Angewandte Physik-Sensorik

Fachhochschule Flensburg, Institut für Verfahrenstechnik

Fachhochschule Merseburg

Friedrich-Schiller-Universität Jena, Institut für Organische und makromolekulare Chemie

Humboldt Universität Berlin, Institut für Physik

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Campus Merseburg, Fachbereich Werkstoffwissenschaften

Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Institut für Pharmazeutische Biologie

TU Braunschweig, Institut für Technische Chemie

TU Berlin, Institut für Optik Hermann-Föttinger-Institut für Strömungsmechanik

Universität Braunschweig, Institut für Elektrotechnik

Universität Darmstadt, Institut für Materialwissenschaften

Universität Düsseldorf, Makromolekulare Chemie

Universität Ilmenau, Institut für Elektrotechnik und Informationstechnik

Universität Kassel, Institut für Werkstofftechnik

Universität Mainz, Makromolekulare Chemie

Universität Potsdam, Institut für Physik Institut für Chemie

Universität Siegen

Universität Würzburg, Fakultät für Physik und Astronomie

Andere Forschungseinrichtungen

Bundesforschungsanstalt für Ernährung und Lebensmittel, Institut für Getreide-, Kartoffel- und Fettforschung, Detmold

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

Institut für Dünnschichttechnologie und Mikrosensorik e.V., Teltow

Leibniz-Institut für Polymerforschung e.V., Dresden

Institut für Polymerwerkstoffe e.V., Merseburg

MPI für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Golm

MPI für Polymerforschung, Mainz

Bundesforschungsanstalt für Forst- und Landwirtschaft, Hamburg

Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e.V., Rudolstadt

Robert-Koch-Institut, Berlin

Auslandsbeziehungen

Akademie der Wissenschaften der Tschechischen Republik, Projekt CZE 03/016 »Photochemische Prozesse in photochromen Polymeren« im Rahmen der internationalen Zusammenarbeit in Bildung und Forschung mit der Tschechischen Republik, Kooperation von Dr. J. Stumpe mit Prof. Dr. St. Nespurek, Institut für Makromolekulare Chemie (Tschechische Republik)

ARMINES (CEMEV, CEP), Sophia Antipoles (Frankreich)

Auburn University, Textile Engineering Department, Auburn (USA)

Ecole Normale Supérieure, Paris (Frankreich)

Ecole Polytechnique Federale de Lausanne (Schweiz)

Polnische Akademie der Wissenschaften, Institut für Kohlechemie, Gliwice (Polen)

Polnische Akademie der Wissenschaften, Zentrum für Polymerchemie, Zabrze (Polen)

Southern Regional Research Center, Agricultural Research Service, U.S. Department of Agriculture, New Orleans (USA)

Staatliche Lomonossov Universität, Chemische Fakultät, Moskau (Russland)

Wissenschaftliche Zusammenarbeit *Scientific Cooperation*

Tianjin University of Technology (China)

University of Helsinki (Finnland)

Universität Krems (Österreich)

Université catholique de Louvain,
Louvain-la-Neuve (Belgien)

Université Claude Bernard Lyon
(Frankreich)

Universität Manchester (UK)

Universität Opole (Polen)

Internationale Gäste

Dr. M. A. Khan, Dhaka,
Bangladesh (Indien)
Humboldt Stipendiat,
1. Juni – 31. August 2005

Veranstaltungen

19.–20. Mai 2005
EU-Projekt »FULLSPECTRUM«
Experimentelle Arbeiten zu
Solarzellen-Beschichtungen und
Konzentratorplatten,
Potsdam-Golm

8. Juni 2005
Stiftung Industrieforschung
Workshop zum Projekt S 640
»Dotierung von Polymermaterialien mit
Nanophosphoren und Laserfarbstoffen«,
Potsdam-Golm

8. Dezember 2005
Treffen des Kunststoffnetzwerks Brandenburg
KUBRA e.V., Potsdam-Golm

25. Januar 2006
Innovationsforum Kunststoffverarbeitung
im Fraunhofer PAZ, Schkopau

22.–23. März 2006
Fraunhofer & PTS Seminar
Polymere Additive in der Herstellung,
Verarbeitung und Anwendung von funktionalen
Papieren, Potsdam-Golm

10.–11. Mai 2006
Regionale Organic Electronics Konferenz O-EA,
Potsdam-Golm

Institutskolloquien

26. Mai 2005
Steve Eichhorn
School of Materials, University of Manchester
»The Use of Raman Spectroscopy to Understand
the Mechanical Deformation of Cellulose Fibres«

15. Juni 2005
Jerry H. Morton
Buckeye Cellulose Corp., Memphis, USA
»Use of Specialty Cellulose Fibers in Cementitious
Applications«

8. Februar 2006
Prof. Dr. Michael R. Buchmeiser
Leibniz-Institut für Oberflächenmodifizierung e.V.,
Leipzig
»Forschung am Leibniz Institut für Oberflächen-
modifizierung e.V. (IOM): Vom Katalysator zum
Material«

19. April 2006
Prof. Voytek S. Gutowski,
CSIRO, Melbourne, Australia
»Adhesion in cellulose-polyolefins based
composites«

Mitarbeit in Fachorganisationen und Gremien

Das Fraunhofer IAP ist Mitglied in folgenden
Vereinen bzw. Arbeitsgemeinschaften:

- Kunststoffnetzwerk Brandenburg KUBRA e.V.
 - Landesvereinigung außeruniversitärer
Forschung in Brandenburg (LAUF) e.V.
 - Leibniz-Kolleg Potsdam
 - Optec Berlin-Brandenburg, Berlin
 - Polykum e.V., Fördergemeinschaft für
Polymerentwicklung und Kunststofftechnik in
Mitteldeutschland
 - VDMA Organic Electronic Association
- Dr. U. Buller
- 2. Vorsitzender der Vereinigung der Seifen-,
Parfüm- und Waschmittelfachleute
SEPAWA e.V.
 - Mitglied des wissenschaftlichen Beirates des
Kompetenzzentrums Kunststoffe
Schwarzheide
 - Mitglied im Berlin-Brandenburgischen Ver-
band für Polymerforschung e.V.
 - Mitglied des Kuratoriums der
Technologiestiftung Brandenburg
 - Mitglied des Vorstandes des Kunststoffnetz-
werks Brandenburg KUBRA e.V.
 - Beirat für Wissen- und Technologietransfer
des Ministerpräsidenten des Landes
Brandenburg

Dr. C. Fanter
– Normenausschuss Bauwesen (NABau) des
DIN, NABau-AA 11.42.08 »Oberflächenmess-
verfahren«

Dr. H.-P. Fink
– Mitglied im Berlin-Brandenburgischen Ver-
band für Polymerforschung
– Forschungskuratorium der Forschungsvereini-
gung Werkstoffe aus Nachwachsenden
Rohstoffen
– Verein Zellcheming, Fachausschuss Cellulose
und Cellulosederivate
– Kooperationsrat des Innovativen Regionalen
Wachstumsrats Faserverbunde ALFA,
Haldensleben
– Editorial Boards der Zeitschriften »Cellulose«,
»Cellulose Chemistry and Technology« und
»Carbohydrate Polymers«

Dr. A. Holländer
– International Advisory Board der Zeitschrift
»Plasma Processes and Polymers«
– Mitglied im Arbeitskreis
Plasmaoberflächentechnologie

Prof. Dr. A. Laschewsky
– Vorstandsmitglied der GdCH Fachgruppe
Wachmittelchemie
– Mitglied im Berlin-Brandenburgischen
Verband für Polymerforschung e. V.

Dr. G. Rafler
Mitglied im Berlin-Brandenburgischen Verband
für Polymerforschung e. V.

Dr. A. Seeboth
– Mitglied im Gutachterausschuss in der
Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungs-
vereinigungen »Otto von Guericke« e.V. (AiF)
– International Advisory Board International
Conference on High-Tech Polymers and
Polymeric Complexes
– International Advisory Board International
Symposium on Fine chemistry and Functional
Polymers

Dr. W. Vorwerg
– Mitglied des Stärkefachausschusses der
Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung,
Detmold
– Mitglied der Fachgruppe Renewable
Resources Materials der EU in Brüssel

Publikationen

Publications

Lehrtätigkeit

Dr. S. Bruzzano

- Vorlesung »Spezielle Themen der organischen Chemie – Polymeranalytik« Fachhochschule Lübeck
- Vorlesung »Makromolekulare Chemie« Technische Fachhochschule Berlin

Dr. habil. S. Fischer

Vorlesung »Polymerchemie«
TU Bergakademie Freiberg

PD Dr. habil. S. Janietz,

Vorlesung im WS 2005/2006
»Moderne Aspekte der Elektrochemie«,
Universität Potsdam

Prof. Dr. A. Laschewsky

Lehrtätigkeit an der Universität Potsdam:

- Vorlesung »Polymerchemie I«
 - Vorlesung »Polymer Chemistry« – Master Study Polymer Science
 - Praktika zum Wahlpflichtfach Kolloid- und Polymerchemie
 - Vorlesung »Spezielle Aspekte der Polymersynthese«
 - Vorlesung »Polymerchemie II«
 - Vorlesung »Technische Chemie I und II«
 - Vorlesung »Polymerchemie: Polymers as Building Blocks for Mesoscopic Structures«
- Lehrtätigkeit an der Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, France:
- Vorlesung »Polymeric Amphiphiles« im Rahmen des Internationalen Master-Studiengangs »Chimie et Ingénierie de la Formulation«

Dr. J.-F. Lutz

Vorlesung »Synthesis and self-organization of block copolymers«, Universität Potsdam

PD Dr. habil. J. Stumpe,

Vorlesung »Polymerphotochemie«,
Universität Potsdam

Tagungsorganisation

Dr. H.-P. Fink

Organisation des ACS-Symposiums
»New Cellulose Based Materials«
der Cellulose and Renewable Materials Division
der American Chemical Society, San Diego (USA)
13. – 17. März 2005

Networks

Fraunhofer IAP (FB1)

Partner des European Polysaccharide Network of Excellence (EPNOE) mit entsprechenden Kooperationen zu den Europäischen Partnern aus Finnland, Rumänien, Österreich, Niederlande, Slovenien und Großbritannien

Diplomarbeiten

F. Pippig

»Fluoreszenzmarkierung für die Funktionalgruppenanalyse an Polymeroberflächen«,
Hochschule Zittau/Görlitz

F. Salles

»Use of Fluorescently Labelled Initiators or Chain Transfer Agents in Radical Polymerization for End-Group Analysis«,
Universität Potsdam und ENSC Montpellier, France

Dissertationen

S. Kubowicz

»Design and Characterization of Multicompart-
ment Micelles in Aqueous Solution«
Universität Potsdam

M. Mertoglu

»The Synthesis of Well-Defined Functional
Homo- and Block Copolymers in Aqueous Media
via Reversible Addition-Fragmentation Chain
Transfer (RAFT) Polymerization«
Universität Potsdam

D. Pollmächer

»Ethen/Styren-Terpolymere: Synthese, Struktur,
Eigenschaften«
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

R. Rosenhauer

»Lichtinduzierte Generierung von optisch aniso-
tropyen Filmen auf der Basis von multifunktio-
nalen Polymeren«
Universität Potsdam

N. Sieverling

»Cationic copolymers for the receptor-mediated
gene transfer«
Universität Potsdam

Journalpublikationen

V. Börger, O. Kuliskovska, K. G.-Hubmann,

J. Stumpe, M. Huber, H. Menzel:
»Novel Polymers to Study the Influence of the
Azobenzene Content on the Photo- Induced
Surface Relief Grating Formation«
J. Phys. Chem, 206 (2005) 1448

A. Luque, A. Marti, A. Bett, J. A. M. van Roosma-
len, W. G. J. H. M. van Sark, K. Barnham, R. Danz,
T. Meyer u.a.:

FULLSPECTRUM: »A new PV wave of more
efficient use of solar spectrum«
Sol. Energy Mater. Sol. Cells, 87 (2005) 467-479

H. G. Börner, H. Rettig, M. G. J. ten Cate, J.-F. Lutz,
E. Krause:

»Macromolecular Chimera via Controlled Radical
Polymerization Techniques«
Polym. Prepr. Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem.
46 (2005) 286-286

H. Bohidar, P. L. Dubin, P. R. Majhi, C. Tribet,
W. Jaeger:

»Effects of protein-polyelectrolyte affinity and
polyelectrolyte molecular weight on dynamic
properties of bovine serum albumine – poly(diall-
yldimethylammonium chloride) coacervates«
Biomacromolecules 6 (2005) 1573

S. Bruzzano, N. Sieverling, C. Wieland, W. Jaeger,
A. Thünemann, J. Springer:

»Cationic Polymer Grafted Starch from Nonsym-
metrically Substituted Macroinitiators«
Macromolecules, 38 (2005), 7251-7261

B. Kirci Denizli, J.-F. Lutz, L. Okrasa, T. Pakula,
A. Güner, K. Matyjaszewski:

»Properties of Welldefined Alternating and
Random Copolymers of Methacrylates and
Styrene Prepared by Controlled/Living Radical
Polymerization«
J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem. 43 (2005)
3440-3446

S. Garnier, A. Laschewsky:

»Synthesis of New Amphiphilic Diblock Copoly-
mers and Their Self-Assembly in Aqueous
Solution«
Macromolecules 38 (2005) 7580-7592

Ch. Hampel, S. Gai, A. Lieske, M. Hahn, K. Krüger:
»Energy consumption and degree of conversion
in ultrasound-induced emulsion polymerization
as illustrated by methyl methacrylate«
Chemie Ingenieur Technik 77(6) (2005) 776-783

Publikationen *Publications*

- A. Holländer:
»Surface oxidation inside of macroscopic porous polymeric materials
Surface and Coatings Technology 200/1-4 (2005) 561-564
- Z. E. Ibraeva, M. Hahn, W. Jaeger, A. Laschewsky, L. A. Bimendina, S. E. Kudaibergenov:
»Swelling behavior and complex formation ability of amphoteric gels based on allylamine derivatives and maleic acid«
Macromol. Mater. Eng. 290 (2005) 769-777
- W. Jakubowski, J.-F. Lutz, S. Slomkowski and K. Matyjaszewski:
»Block and Random Copolymers as Surfactants for Dispersion Polymerization. 1. Synthesis via Atom Transfer Radical Polymerization and Anionic Ring Opening Polymerization.«
J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem. 43 (2005) 1498-1510
- D. Klemm, B. Heublein, H.-P. Fink, A. Bohn:
»Cellulose. Faszinierendes Biopolymer und nachhaltiger Rohstoff«
Angewandte Chemie 117 (2005) 2-38
- D. Klemm, B. Heublein, H.-P. Fink, A. Bohn:
»Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material«
Angew. Chem. Int. Ed. 44 (2005) 2-37
- S. Kubowicz, J.-F. Baussard, J.-F. Lutz, A. F. Thünemann, H. von Berlepsch, A. Laschewsky:
»Multicompartment Micelles Formed by Self-Assembly of Linear ABC Triblock Copolymers in Aqueous Medium«
Angew. Chem. Int. Ed. 44 (2005) 5262-5265
- S. Kubowicz, J.-F. Baussard, J.-F. Lutz, A. F. Thünemann, H. von Berlepsch, A. Laschewsky:
»Multikompartiment-Micellen durch Selbstorganisation von linearen ABC-Triblock-Copolymeren in wässriger Lösung«
Angew. Chem. 117 (2005) 5397-5400
- S. E. Kudaibergenov, A. G. Didukh, Z. E. Ibraeva, L. A. Bimendina, F. Rullens, M. Devillers, A. Laschewsky:
»A Regular, Hydrophobically Modified Polyampholyte as Novel Pour Point Depressant«
J. Appl. Polym. Sci. 98 (2005) 2101-2108
- J. Kunze, H.-P. Fink:
»Structural Changes and Activation of Cellulose by Caustic Soda with Urea«
Macromol. Symp. 223 (2005) 175-187
- A. Laschewsky, L. Wattebled, M. Arotçaréna, J.-L. Habib-Jiwan, R. H. Rakotoaly:
»Synthesis and Properties of New Cationic Oligomeric Surfactants«
Langmuir 21 (2005) 7170-7179
- A. Laschewsky, K. Lunkenheimer, R. H. Rakotoaly, L. Wattebled:
»Spacer Effects in Dimeric Cationic Surfactants«
Colloid Polym. Sci. 283 (2005) 469-479
- S. Leporatti, R. Sczech, H. Riegler, S. Bruzzano, J. Storsberg, F. Loth, W. Jaeger, A. Laschewsky, S. Eichhorn, E. Donath:
»Interaction Forces Between Cellulose Microspheres and Ultrathin Cellulose Films monitored by Colloidal Probe Microscopy-Effect of Wet Strength Agents«
J. Colloid Interface Sci. 281 (2005) 101-111
- J.-F. Lutz, A. Laschewsky:
»Multicompartment Micelles: Has the Long-Standing Dream Become a Reality ?«
Macromol. Chem. Phys. 206 (2005) 813-817
- J.-F. Lutz, S. Kubowicz, J.-F. Baussard, A. F. Thünemann, H. von Berlepsch, A. Laschewsky:
»Multicompartment Micelles Obtained via the Self-assembly of a Well-Defined Triblock Macro-surfactant Prepared by RAFT Polymerization«
Polym. Prepr. Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem. 46 (2005) 297-298
- J.-F. Lutz, R. Nehring, A. F. Thünemann:
»Solution Self-Assembly of Synthetic Copolymers Bearing Complementary Nucleic Acid Functionalities«
Polym. Prepr. Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem. 46 (2005) 397-398
- J.-F. Lutz, H. G. Börner, K. Weichenhan:
»Using »Click« Chemistry for Post-Reacting Well-Defined Polymer Chains Prepared by Atom Transfer Radical Polymerization«
Polym. Prepr. Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem. 46 (2005) 486-487
- J.-F. Lutz, A. F. Thünemann, R. Nehring:
»Preparation by Controlled Radical Polymerization and Self-Assembly via Base-Recognition of Synthetic Polymers Bearing Complementary Nucleic Acids«
J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem. 43 (2005) 4805-4818
- J.-F. Lutz, H. Börner, K. Weichenhan:
»Combining Atom Transfer Radical Polymerization and Click Chemistry: a Versatile Method for Preparing End-Functional Polymers«
Macromol. Rapid Commun. 26 (2005) 514-518
- J.-F. Lutz, K. Matyjaszewski:
»NMR Monitoring of Chain-End Functionality in Atom Transfer Radical Polymerization of Styrene«
J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem. 43 (2005) 897-910
- J.-F. Lutz, D. Schütt, S. Kubowicz:
»Preparation of Well-Defined Diblock Copolymers with Short Polypeptide Segments via Polymerizations of N-Carboxyanhydrides«
Macromol. Rapid Commun. 26 (2005) 23-28
- J.-F. Lutz, A. F. Thünemann, K. Rurack:
»DNA-like „Melting“ of Adenine- and Thymine-functionalized Synthetic Copolymers«
Macromolecules 38 (2005) 8124-8126
- J.-F. Lutz, K. Matyjaszewski:
»Nuclear Magnetic Resonance Monitoring of Chain-End Functionality in Atom Transfer Radical Polymerization of Styrene«
J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem. 43 (2005) 897-910
- F. Mallwitz, A. Laschewsky:
»Direct Access to Stable Free Standing Polymer Membranes by Layer-by-Layer Assembly of Polyelectrolytes«
Adv. Mater. 17 (2005) 1296-1299
- M. Mertoglu, A. Laschewsky, K. Skrabania, C. Wieland:
»New Water Soluble Transfer Agents for Reversible Addition-Fragmentation Chain Transfer (RAFT) Polymerization and their Application in Aqueous Solution«
Macromolecules 38 (2005) 3601-3614
- M. Mertoglu, S. Garnier, A. Laschewsky, K. Skrabania, J. Storsberg:
»Stimuli Responsive Amphiphilic Block Copolymers for Aqueous Media Synthesized via Reversible Addition Fragmentation Chain Transfer Polymerization (RAFT)«
Polymer 46 (2005) 7726-7740
- E. Mignard, J.-F. Lutz, T. Leblanc, K. Matyjaszewski, O. Guerret, W. F. Reed:
»Kinetics and Molar Mass Evolution during Atom Transfer Radical Polymerization of n-Butyl Acrylate using Automatic Continuous Online Monitoring«
Macromolecules 38 (2005) 9556-9563
- H. Ritter, C. Steffens, J. Storsberg:
»Cyclodextrin in polymer chemistry: Kinetic studies on the free-radical polymerization of cyclodextrin-complexed styrene from homogeneous aqueous solution«
e-Polymers 034 (2005) 1

F. Rullens, N. Deligne, A. Laschewsky, M. Devillers:
»A facile precursor route to transition metal molybdates using a polyzwitterionic matrix bearing simultaneously charged moieties and complexing groups«
J. Mater. Chem. 15 (2005) 1668-1676

K. Silmy, A. Holländer, A. Dillmann, J. Thömel:
»Micro-jet plasma CVD with HMDSO/O₂«
Surface and Coatings Technology, 200/ 1-4 (2005) 368-371

J. Storsberg, W. G. K. Müller-Lierheim, E. Görnitz, A. Laschewsky:
»Chemical Design of Ophthalmic Implants«
Biomedizinische Technik, 50 (Suppl. vol 1 Part 1) (2005) 328

V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Kraudelt, H. Wetzel, E. Görnitz:
»Free Radical Polymerization of Methacrylates in Ionic Liquids«
ACS Symp. Ser. 913 (2005) 17-36, Vol. »Tonic Liquids in Polymer Systems«

K. Szcubialka, Ł. Moczek, A. Golszek, M. Nowakowska, A. Kotzev, A. Laschewsky:
»Characterization of Hydrocarbon and Fluorocarbon Microdomains Formed in Aqueous Solution of Associative Polymers: A Molecular Probe Technique«
J. Fluor. Chem. 126 (2005) 1409-1418

A. Zen, D. Neher, K. Silmy, A. Holländer, U. Asawapirom, U. Scherf:
»Improving the Performance of Organic Field Effect Transistor«
Japanese Journal of Applied Physics, 44/ 6A (2005) 3721-3727

Monographien

X. Arys, A. M. Jonas, A. Laschewsky, R. Legras, F. Mallwitz:
Layered Polyelectrolyte Assemblies
Chapter 19 in: »Supramolecular Polymers 2«, A. Ciferri Ed., Marcel Dekker, CRC press, Boca Raton, New York, 2005, 651-710

A. Seeboth, J. Kriwanek, A. Patzak, D. Löttsch:
Chromogenic Polymer Gels for Reversible Transparency and Color Control
Chapter 8 in: »Chromogenic Phenomena in Polymers – Tunable Optical Properties« (Eds.: S. A. Jenekhe and D. J. Kiserow), ACS Symposium Series 888, American Chemical Society, Washington D. C., 2005

V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Kraudelt, H. Wetzel, E. Görnitz:
Free Radical Polymerization of Methacrylates in Ionic Liquids.
»Ionic Liquids in Polymer Systems«, ACS Symp. Ser. 913 (2005) 17-36

W. Vorwerg, S. Radosta, J. Dijksterhuis:
Stärke
Winnacker Küchler: »Chemische Technik, Prozesse und Produkte«, 5. Auflage, Herausgeber: R. Dittmeyer, W. Keim, G. Krysa, A. Oberholz. Wiley VCH Verlag GmbH, Weinheim. ISBN 3-527-30773-7

Vorträge

U. Buller
»Neue Polymermaterialien für den Fahrzeugbau«
MicroCar 2005; Workshop: Polymerwerkstoffe im Automobil, Leipzig 2005

U. Buller
»(In) Zukunft: Chemie?! Chancen nutzen – mit Risiken umgehen – nachhaltig entscheiden«
Sonntagsvorlesung der Brandenburger Wissenschaftseinrichtungen, Potsdam 2005

U. Buller
»Polymers – materials and process developments for the market«
Achema 2006, Vortragsreihe »Research Service Providers«, Frankfurt/M. 2006

A. J. Chatten, B. F. Buxton, A. Büchtemann, R. Danz, M. Schleusener u.a.:
»Thermodynamic modelling of luminescent solar concentrators and modules«
1st IEEE PVSC, Florida, USA, 03.–07.01.2005

A. Ebert, J. Kunze, H.-P. Fink:
»NMR-spectroscopy of cellulose and cellulose derivatives in the solid state and in solution«
EU-COST E41 Meeting »Spectrometric techniques used for the analysis of Carbohydrates, Lignin and Extractives« Barcelona, 25.–26.04.2005

H.-P. Fink:
Celluloseforschung am Fraunhofer IAP
Kolloquium anlässlich des 80. Geburtstages von Prof. B. Philipp, Forschungsstandort Teltow-Seehof, 11.02.2005

H.-P. Fink:
»Structural aspects of cellulose based materials«
Seminar-lecture, Max-Planck-Institute of Colloids and Interfaces, Department of Biomaterials, Potsdam-Golm, 03.03.2005

H.-P. Fink, J. Ganster, P. Weigel:
»Novel composites with man-made cellulosic fibers«
229th ACS National Meeting, San Diego, CA, USA, 13.–17.03.2005

H.-P. Fink, J. Kunze:
»Effects of NaOH-urea-solutions on cellulose«
Japanese-European Workshop »Cellulose and functional polysaccharides«, Wien, 12.–14.09.2005

H.-P. Fink, J. Ganster, O. Geiger:
»Neue Thermoplastische Verbundmaterialien mit Cellulose regeneratfasern«
44. Int. Chemiefasertagung, Dornbirn, Österreich, 21.–23.09.2005

J. Ganster, H.-P. Fink:
»Cellulose-Spinnfasern zur Verstärkung von PP und anderen Thermoplasten«
3. N-FibreBase Kongress, Hörth bei Köln, 09.–10.09.2005

J. Ganster, H.-P. Fink:
»Rayon-verstärkte Thermoplaste für den Spritzguss«
5. Int. Symp. Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen, Erfurt, 01.–02.09.2005

S. Garnier, A. Laschewsky:
»Synthesis of New Amphiphilic Diblock Copolymers via RAFT-Polymerization and their Self-Assembly«
Tag der Chemie, FU Berlin, Berlin, 08.06.2005

S. Garnier, A. Laschewsky:
»Synthesis of New Amphiphilic Block Copolymers by RAFT-Polymerization and their Self-Assembly«
42nd Meeting of the German Colloid Society, Aachen, 26.–28.09.2005

S. Garnier, A. Laschewsky:
»Neue Tenside aus Blockcopolymeren«
Jahreshauptversammlung der SEPAWA e.V., Landesgruppe West, Gladbeck, 25.11.2005

R. Gertzmann, T. Rische, E. Görnitz, M. Hahn:
»Polyurethane-polyacrylate hybrid dispersions – modifications to improve properties«
32. Annual International Waterborne, High-Solids, and Powder Coatings Symposium, New Orleans, LA, USA; 02.–04.02.2005

K. Hettrich, W. Wagenknecht, S. Fischer:
»Synthesis, characterization and application of cellulose sulfates«
229. ACS-Meeting, San Diego, CA, USA, 13.–15.03.2005

Publikationen *Publications*

K. Hettrich, S. Fischer, N. Schröder, J. Engelhardt, U. Drechsler, F. Loth:
»Derivatisierung und Charakterisierung von Haferspelzenxylenen«
100. Hauptversammlung Zellcheming, Wiesbaden, 27. – 30.06.2005

A. Holländer:
»Formation and Reactions of Radicals in the Plasma Treatment of Polymers«
17th International Symposium on Plasma Chemistry, Toronto, Canada, 07. – 12.08.2005

A. Holländer:
»Funktionalisierung der Oberflächen poröser Polymermaterialien«
13. Neues Dresdner Vakuumtechnisches Kolloquium, Dresden, 13. – 14.10.2005

S. Kudaibergenov, Z. Ibraeva, L. Bimendina, M. Hahn, W. Jaeger, A. Laschewsky, S. Yeroshina, N. Ibraev:
»Solutions, Complexes, Langmuir-Blodgett Films and Gels of Synthetic Polyampholytes«
European Polymer Congress 2005, Moskau (RU), 27.06. – 01.07.2005

A. Laschewsky, V. Strehmel:
»Polymérisation radicalaire de monomères méthacryliques dans les sels fondus«
Institut Charles Sadron CNRS, Strasbourg, France, 23.02.2005

A. Laschewsky, S. Garnier, M. Mertoglu, K. Skrabania, J. Storsberg:
»Synthesis and Self-organization of Multiple Stimuli Responsive Amphiphilic Polymers in Aqueous Media«
79th ACS Colloid and Surface Science Symposium, Clarkson University, Potsdam, NY, USA, 12. – 15.06.2005

A. Laschewsky, V. Strehmel:
»Free Radical Polymerization of Methacrylates in Ionic Liquids«
Université de Montréal, Québec, Canada, 16.06.2005

A. Laschewsky:
»Polymerisation in ionischen Flüssigkeiten«
Kolloquium des Berlin-Brandenburgischen Verbands für Polymerforschung 2005, Humboldt Universität Berlin, 28.10.2005

A. Laschewsky:
EU-Forschungsprojekt »MIRO - Micro-Incision Research in Ophthalmology«
ACRIMED Wissenschaftl. Kolloquium, Berlin, 24.09.2005

J.-F. Lutz:
»Solution Self-Assembly of Synthetic Copolymers Bearing Complementary Nucleic Acid Functionalities«
ACS 230th National Meeting, Washington D.C., 28.08. – 01.09.2005

J.-F. Lutz:
»Controlled Radical Polymerization: a Convenient Tool for Preparing Building-blocks for Solution Self-assembly«
International Symposium APME-6 2005, Istanbul, Turkey, 16.08.2005

J.-F. Lutz:
»Design et Caractérisation d'Architectures Macromoléculaires Appliquées aux Sciences de la Vie«
33èmes Journées d'étude des polymères JEPO33, Le Bessat, France, 22.09.2005

J.-F. Lutz:
»Bottom-up Design of Polymer-based Nanostructures and their Applications in Life Science«
Kolloquium des SFB 448, Berlin, 13.12.2005

S. Radosta, W. Vorweg, M. Ulbrich:
»Kationische Stärke für den Masseinsatz – Molekulare Charakterisierung
Erzielen optimaler Stoff- und Papiereigenschaften«, Dresden, 28. – 29.11.2005

T. Siegemund, B.-R. Paulke, H. Schmiedel, N. Bordag, A. Hoffmann, T. Harkany, H. Tanila, J. Kacza, W. Härtig:
»Core-shell nanoparticles as carriers for thioflavin T targeting B-amyloid in transgenic mice«
Annual Meeting: Study Group Neurochemistry, Leipzig, 06. – 08.10.2005

J. Storsberg:
»Eine neue Klasse von hydrophoben Acrylmaterialien für faltbare Intraokularlinsen und andere Anwendungen in der Ophthalmochirurgie«
1. Expertentag Hochkreuz-Augenklinik, Bonn, 16.12.2005

J. Storsberg, W. G. K. Müller-Lierheim, E. Görnitz, A. Laschewsky:
»Chemical Design of Ophthalmic Implants«
BMT 2005 39th Annual Congress of the German Society for Biomedical Engineering, 14. – 17.09.2005

J. Storsberg, A. Laschewsky, S. Garnier, K. Skrabania:
»Polymer Surfactants – Novel Agents with Exceptional Properties«
52. SEPAWA-Congress 2005 + European Detergency Conference, Würzburg, 12. – 14.10.2005

J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky:
»Eine neue Klasse von hydrophoben Acrylmaterialien: Neue Polymerwerkstoffe für faltbare Intraokularlinsen und andere Anwendungen in der Ophthalmochirurgie«
1. Expertentag Bonn, Hochkreuz Augenklinik, 16.12.2005

V. Strehmel, A. Laschewsky, R. Stöber, A. Zehl, W. Herrmann:
»Neue Anwendungen für ESR-Spinsonden – Polymerization in ionischen Flüssigkeiten«
104. Hauptversammlung der Deutschen Bunsen-Gesellschaft für Physikalische Chemie e.V., Frankfurt a.M., 05. – 07.05.2005

M. Ulbrich:
»Wechselwirkungen kationischer Stärken aus unterschiedlichen Herstellungsverfahren mit Cellulosefasern«
Kolloquium an der TU Berlin, 05.12.2005

B. Volkert, S. Fischer, J. Engelhardt, B. Langer:
»Synthesis and Analysis of Highly Substituted Starch Phosphates«
56. Starch Convention, Detmold, 20. – 22.04.2005

W. Vorweg, S. Radosta:
»Modified Starches Used in Laundry and Cleaning Products«
56. Starch Convention, Detmold, 21.04.2005

W. Vorweg, S. Radosta:
»Stärkebasierte Werkstoffe für den Verpackungsbereich«
Fachgespräch Werkstoffe, FNR, Gülzow, 14.04.2005

W. Vorweg, S. Radosta:
»Modifizierung und Charakterisierung von Stärke«
UPPC AG, Mietingen-Baltringen, 27.10.2005

W. Vorweg, S. Radosta:
»Neue Entwicklung der Stärkeforschung«
Fachausschuss Cellulose und Cellulosederivate, Düsseldorf, 27. – 29.10.2005

Patente Patents

W. Vorweg, S. Radosta:
»Die Entwicklung stärkebasierter Materialien«
5. Internationales Symposium »Werkstoffe aus
Nachwachsenden Rohstoffen«, Erfurt,
01. – 02.09.2005

L. Wattebled, A. Laschewsky:
»Kationische dimere Tenside
Vortragsveranstaltung SEPAWA e.V.,
Landesgruppe Ost, Potsdam-Golm, 22.04.2005

Poster

A. Büchtemann, R. Danz, M. Schleusener,
M. Schwarzer, A. J. Chatten, K. W. J. Barnham,
D. J. Farrell, J. A. M. van Roosmalen:
»Spectroscopic Measurements on Matrix
Materials for Concentrator Plates«
16th European Symposium Polymer Spectroscopy,
Kerkrade (NL), 29.5. – 01.06.2005

J. Bohrisch, S. Bruzzano, S. Garnier,
A. Laschewsky, J. Storsberg:
»Self-Organization of Amphiphilic Block
Copolymers: From Versatile Building Blocks to
Functional Systems«
VDI-Workshop »Technische Anwendung der
Selbstorganisation«, Düsseldorf, 02.06.2005

S. Bruzzano, C. Wieland, A. Laschewsky,
M. Mertoglu, T. Hofe, R. Leinweber,
A. Thünemann:
»Polycations as Reference Materials for Aqueous
Size Exclusion Chromatography«
18th International Symposium on Polymer
Analysis and Characterization, University of
Sheffield, Sheffield (UK), 19. – 22.06.2005

S. Bruzzano, E. Donath, S. Eichhorn,
A. Laschewsky, S. Leporatti, H. Riegler,
J. Storsberg, A. Voigt:
»Polymere Haftvermittler zur Verbesserung der
Eigenschaften funktionaler Papiere«
2. WING-Konferenz, Aachen (Germany),
08. – 11.11.2005

A. J. Chatten, D. Farrell, C. Jermyn, P. Thomas,
A. Büchtemann, B. F. Buxton, R. Danz,
K. W. J. Barnham:
»Thermodynamic modelling of luminescent solar
concentrator«
31th IEEE Photovolt. Solar Energy Conf.,
Orlando, Florida, USA, 03. – 07.1.2005

R. Danz, B. Elling, K. Tehrani, I. Haulsen:
»Polymer sensor array's for information input
devices«
12th International Symposium on Electrets
(ISE 12), Salvador, Brasilien, 11. – 14.09.2005

R. Danz, B. Elling, K. Tehrani, I. Haulsen, P. Mirow:
»Piezoelectric polymer sensor systems on printed
circuit boards«
11th International Meeting on Ferroelectricity
(IMF 11), Iguassu Falls, Argentinien/Brasilien,
05. – 09.09.2005

S. Garnier, A. Laschewsky:
»Synthesis of new amphiphilic block copolymers
via RAFT-polymerization, and their self-assembly
properties«
Tag der Chemie 2005, FU Berlin, Berlin,
08.06.2005

E. Görnitz, B.-R. Paulke, J. Wagner,
L. M. Goldenberg, J. Stumpe:
»Colloidal self-assembly of polymer particles for
the preparation of 3D diffraction gratings«
Technische Anwendung der Selbstorganisation,
VDI Technologiezentrum Düsseldorf, 02.06.2005

A. Laschewsky, M. Mertoglu, K. Skrabania,
J. Storsberg:
»Synthesis and Properties of Smart, Multirespon-
sive Amphiphilic Block Copolymers«
42nd Meeting of the German Colloid Society,
Aachen, 26. – 28.09.2005

J.-F. Lutz:
»Using »Click« Chemistry for Post-Reacting Well-
Defined Polymer Chains Prepared by Atom
Transfer Radical Polymerization.«
ACS 230th National Meeting, Washington D.C.,
(USA), 28.08. – 01.09.2005

J.-F. Lutz, S. Kubowicz, J.-F. Baussard,
A. F. Thünemann, H. von Berlepsch,
A. Laschewsky:
»Multicompartment Micelles Obtained via the
Self-assembly of a Well-Defined Triblock Macro-
surfactant Prepared by RAFT Polymerization«
ACS 230th National Meeting, Washington D.C.,
(USA), 28.08. – 01.09.2005

S. Radosta, W. Vorweg, M. Haberer:
»Molecular Composition of Starch Polysacchari-
des«
Gordon Research Conference Chemistry of
Polysaccharides, Hong Kong, 05. – 10.06.2005

K. Silmy, A. Holländer:
»Quartz-like track deposition by micro-Jet
Plasma CVD«
17th International Symposium on Plasma
Chemistry, Toronto, Canada, 07. – 12.08.2005

K. Skrabania, A. Laschewsky, M. Mertoglu,
J. Storsberg:
»Synthesis of multiresponsive amphiphilic block
copolymers, and their application in aqueous
solution«
Bayreuther Polymer Symposium 2005, Bayreuth,
18. – 20.09.2005

L. Sloof, R. Kinderman, A. Burgens,
J. v. Roosmalen, A. Büchtemann, R. Danz,
M. Schleusener, A. Chatten, D. Farrell,
K. Barnham:
»The luminescent concentrator a bright idea for
spectrum conversion?«
20th Europ. Photovoltaic Solar Energy Confe-
rence, Barcelona, Spanien, Juni 2005

V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Wetzel:
»Free radical polymerization in ionic liquids«
Makromolekulares Kolloquium Freiburg, Frei-
burg (Germany), 24. – 26.02.2005

B. Volkert, S. Fischer, B. Langer, J. Engelhardt:
»Synthesis and Characterization of Highly Sub-
stituted Starch Phosphates«
Green-Tech 2005, Potsdam, 02. – 03.02.2005

W. Vorweg, S. Radosta:
»Solution properties of cellulose triacetate«
Japanese-European Workshop on Cellulose and
Functional Polysaccharides, Universität für
Bodenkultur, Wien, 11. – 14.09.2005

W. Vorweg, K. Hettrich, S. Radosta:
»Synthesis and properties of hydrophobic starch
ether and ester«
229th ACS National Meeting, San Diego,
13. – 17.03.2005

L. Wattebled, A. Laschewsky:
»Novel Cationic Oligomeric Amphiphiles:
Surface Activity, Aggregation Behaviour and
Complexation with Organic Counterions«
Formula IV: Frontiers in Formulation Science,
London (UK), 04. – 07.07.2005

Patente

M. Angel, J. Bohrisch, A. Laschewsky,
K. Mathauer, G. Müller:
»Acrylatpolymerisate auf Basis von tert.-Butyl-
acrylat und/oder tert.-Butylmethacrylate«
DE 10339776 A1

F. Börner, G. Rafler:
»Treibmittelfreier Aminoharzschaum, Verfahren
zu dessen Herstellung und dessen Verwendung«
AZ 102006001862.1

J. Bohrisch, M. Hahn, A. Müdler, M. Stoll:
»Gelpartikel und Verfahren zu deren
Herstellung«
DE 102004002206 A1

R. Danz, B. Elling, I. Haulsen, S. Montenegro:
»Strahlungsmodule, diese enthaltende
Anordnungen sowie Verfahren zur Detektion,
Kontrolle und Überwachung«
AZ 102005040351.4

R. Danz, B. Elling, A. Büchtemann:
»Photobiologisch aktive Beschichtungsmasse
und ihre Verwendung«
DE 19935179

R. Danz, B. Elling:
»Physikalisch aktive Pflaster und Verfahren zur
Herstellung«
US 6.937.893

H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Doß:
»Vliesstoffe, Verfahren zu deren Herstellung
sowie deren Verwendung«
AZ 102005029793.5, Anmeldetag 27.6.2005

H.-P. Fink, P. Weigel, R. Rihm:
»Verfahren zur Herstellung von Fasern und
anderen Formkörpern aus Cellulosecarbamat
und/oder regenerierter Cellulose«
DE 102004007616

M. Hahn, A. Lieske, C. Hampel, S. Gai:
»Verfahren zur Herstellung von Polymeren«
AZ 102005027757.8-44

W. Jaeger, A. Laschewsky, B.-R. Paulke,
S. Schwarz, K. Lunkwitz:
»Verfahren zur Abtrennung suspendierter
Feststoffe aus wässrigen Systemen mit ionischen
polymeren Flockungsmitteln«
AZ 102005009809.6

W. Jaeger, S. Schwarz, N. Smolka, B.-R. Paulke:
»Verfahren zur Abtrennung suspendierter
Feststoffe aus wässrigen Systemen mit
kolloidalen Flockungsmitteln«
AZ 10200502343.6

S. Janietz, A. Wedel, G. Rafler:
»Vernetzte NLO-Polymere, Verfahren zu ihrer
Herstellung und ihre Verwendung«
DE 19523570

M. Jobmann, G. Rafler, M. Hensel:
»Mikroverkapselte Kautschukadditive und
Verfahren zu deren Herstellung«
AZ 102005035388.6

A. Laschewsky, M. Hahn, B.-R. Paulke, W. Jaeger,
C. Przybyla, A. Sieger:
»Polymer dispersion and process for preparing a
polymer dispersion«
AZ 04107023.6

F. Loth:
»Verfahren zur Herstellung von
Chitosanalkylderivaten«
DE 195 45 325

F. Loth:
»Hydroxylgruppenhaltige Celluloseacetat-Mikro-
kugeln und Verfahren zu ihrer Herstellung«
DE 4106623

W. Müller-Lierheim, E. Winter, J. Storsberg,
E. Görnitz, A. Laschewsky:
»Schwefelhaltige Monomere mit hohem
Brechungsindex, deren Homo- und
Copolymerisate sowie deren Verwendung
in optischen Elementen«
European Patent Application, 05026266.6,
01.12.2005

R. Nastke, G. Rafler:
»Mit einem Aminoharz mikroverkapselte
Feststoffe und Verfahren zu deren Herstellung«
US 6.861.145

R. Nastke, G. Rafler, H. Remde, D. Lubkoll,
T. Krügerke, G. Stadermann, M. Kurth, J. Kohls:
»Polymergebundenes körniges ad-, ab-,
chemisorptiv oder katalytisch wirkendes Material
und Verfahren zur Herstellung von Formkörpern
aus diesem Material«
EP 0988889

M. Pinnow, H.-P. Fink:
»Verfahren zur Bestimmung von Kennwerten
und/oder der Homogenität einer offenporigen
Materialschicht«
AZ PCTDE2005001855

C. Przybyla, O. Struck, A. Laschewsky,
B.-R. Paulke, M. Hahn:
»Process for preparing a polymer dispersion and
a polymer«
European Patent Application, 05445036.6,
20.05.2005

J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky, E. Winter,
W. Müller-Lierheim:
»Polymerzusammensetzung mit hohem Bre-
chungsindex«
European Patent Application, 05026265.6,
01.12.2005

B. Volkert, S. Fischer, F. Loth, B. Langer,
J. Engelhardt:
»Stärkephosphate, Verfahren zu deren Herstel-
lung und deren Verwendung«
AZ 102005004600.2

B. Volkert, S. Fischer, F. Loth, B. Langer,
J. Engelhardt:
»Stärkephosphate und Verfahren zu deren
Herstellung«
AZ 102005004586.3

W. Wagenknecht, K. Hettrich, S. Fischer,
O. Hauser:
»Verfahren zur Herstellung von Cellulosesulfat
mit verbesserten Eigenschaften«
AZ 102005011367.2

Y. Zakrevskyy, C. Faul, J. Stumpe:
»Film forming photosensitive materials for the
light induced generation of optical anisotropy«
AZ 05009865.6

Impressum

Inschrift der Redaktion

Fraunhofer-Institut für Angewandte
Polymerforschung IAP
Marketing und Kommunikation
Wissenschaftspark Golm
Geiselbergstr. 69
14476 Potsdam-Golm
Germany

Telefon: +49 (0)331/ 5 68-11 51
Fax: +49 (0)331/ 5 68-25 51

E-mail: info@iap.fraunhofer.de
Internet: www.iap.fraunhofer.de

Redaktion

Katja Okulla

Übersetzung

Christopher Thomlinson

Satz und Gestaltung

Christoph Bartholomäus
Martina Steude

Besonderen Dank an

Daniela Richter
Monique Schwertfeger

Druck

Druckerei Rüss

Bildverzeichnis

Titel

Armin Okulla

Seite 3

Katja Okulla

Seite 22 rechts

Michael Kompe

Seite 42 rechts

Armin Okulla

Seite 62 rechts

Michael Kompe

Seite 76, 82 (Fig. 2, Fig. 3)

Mit freundlicher Genehmigung der
Acrimed/WaveLight GmbH Berlin

Seite 82 (Fig.1)

Mit freundlicher Genehmigung der
Medical Device Production B.V. (NL)

Seite 90

Armin Okulla

Portraitfotos

Michael Kompe

Alle Fotos, wenn nicht anders angegeben,
vom Fraunhofer IAP.

Imprint

Address of the editorial department

Fraunhofer Institute for Applied
Polymer Research IAP
Marketing and Communications
Wissenschaftspark Golm
Geiselbergstr. 69
14476 Potsdam-Golm
Germany

Fon: +49 (0)331/ 5 68-11 51
Fax: +49 (0)331/ 5 68-25 51

E-mail: info@iap.fraunhofer.de
Internet: www.iap.fraunhofer.com

editorial department

Katja Okulla

translation

Christopher Thomlinson

layout

Christoph Bartholomäus
Martina Steude

special thanks to

Daniela Richter
Monique Schwertfeger

printing house

Druckerei Rüss

figure index

cover

Armin Okulla

page 3

Katja Okulla

page 22 right

Michael Kompe

page 42 right

Armin Okulla

page 62 right

Michael Kompe

page 76, 82 (Fig. 2, Fig. 3)

by courtesy of
Acrimed/WaveLight GmbH Berlin

Seite 82 (Fig.1)

by courtesy of
Medical Device Production B.V. (NL)

page 90

Armin Okulla

portrait photos

Michael Kompe

All photos are, if not indicated otherwise,
by Fraunhofer IAP.

