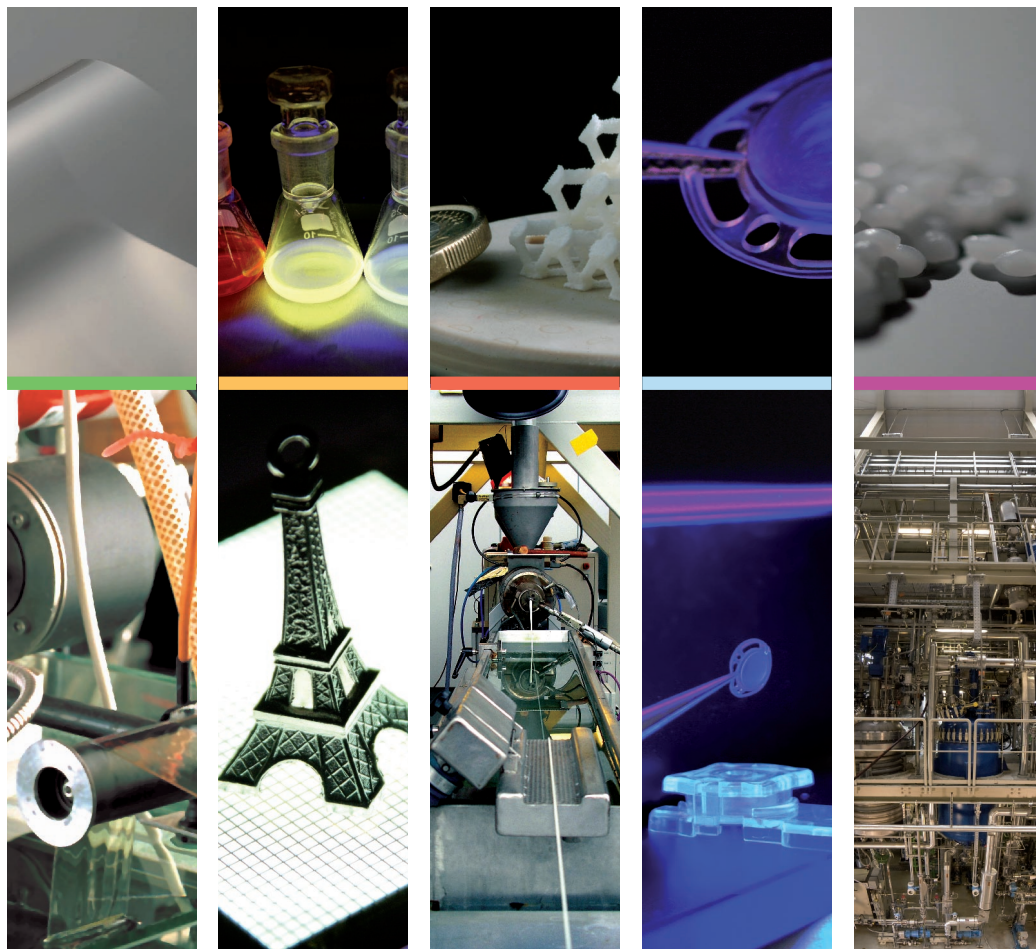




Fraunhofer Institut Angewandte Polymerforschung

Viel mehr als Kunststoff ▪ *Much more than plastics*



Jahresbericht
Annual Report **2007**

Impressum

Anschrift der Redaktion

Fraunhofer-Institut für Angewandte
Polymerforschung IAP
PR & Marketing
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

Dr. Sandra Mehlhase
Barbara Buller, wiss+pa

Übersetzung

Burton Van Iersel & Whitney GmbH

Satz und Gestaltung

Stefan Deutschmann

Druck

Brandenburgische Universitätsdruckerei und
Verlagsgesellschaft Potsdam mbH

Bildverzeichnis

Seite 5

Manuela Zydor

Seite 6 (unten)

Armin Okulla

Seite 9

Kai Royer

Seite 20 (oben), 86

Alexander Krause

Seite 40 (oben)

Franka Bruns, Bundesdruckerei GmbH

Seite 60 (oben)

Fraunhofer-Institut für Lasertechnik, Aachen

Portraitfotos

Seiten 50, 59: Armin Okulla
Alle weiteren: Manuela Zydor

Fotos, wenn nicht anders angegeben,
vom Fraunhofer IAP.

Editorial notes

Address of the editorial office

Fraunhofer Institute for Applied
Polymer Research IAP
PR & Marketing
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 team

Dr. Sandra Mehlhase
Barbara Buller, wiss+pa

Translation

Burton Van Iersel & Whitney GmbH

Layout

Stefan Deutschmann

Printing house

Brandenburgische Universitätsdruckerei und
Verlagsgesellschaft Potsdam mbH

Photo acknowledgments

Page 5

Manuela Zydor

Page 6 (bottom)

Armin Okulla

Page 9

Kai Royer

Page 20 (top), 86

Alexander Krause

Page 40 (top)

Franka Bruns, Bundesdruckerei GmbH

Page 60 (top)

Fraunhofer-Institut für Lasertechnik, Aachen

Portrait photos

Pages 50, 59: Armin Okulla
The others: Manuela Zydor

Photos are, if not indicated otherwise,
by Fraunhofer IAP.

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

pioneers in polymers

Inhaltsverzeichnis

Contents

	Vorwort	
	<i>Preface</i>	4
■	Das Institut	
	<i>The Institute</i>	6
	Das Fraunhofer IAP im Überblick	
	<i>Overview of the Fraunhofer IAP</i>	8
	Kuratorium	
	<i>Advisory Board</i>	10
	Das Institut in Zahlen	
	<i>The Institute in figures</i>	11
	Organigramm	
	<i>Organigram</i>	12
	Ansprechpartner	
	<i>Contact persons</i>	14
	Die Fraunhofer-Gesellschaft	
	<i>The Fraunhofer-Gesellschaft</i>	16
	Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile	
	<i>The Fraunhofer Materials and Components Alliance</i>	18
■	Native Polymere	
	<i>Natural polymers</i>	20
	Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP	
	<i>Biopolymer research at Fraunhofer IAP</i>	22
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	26
	Viscose – Substituentenverteilung am Anhydroglucose-Ring	
	<i>Viscose – distribution of substituents on the anhydroglucose ring</i>	30
	Stärkebasierte Verdickungsmittel für Kosmetik und Pharmazie	
	<i>Starch-based thickening agents for cosmetics and pharmaceutical products</i>	32
	Biokomposite aus Polymilchsäure und cellulosischen Spinnfasern	
	<i>Biocomposites from polylactic acid and cellulosic man-made fibers</i>	34
	Thermoplastische Stärkederivate und ihre Komposite mit nanoskaligen Schichtsilikaten	
	<i>Thermoplastic starch derivatives and their composites with nano-clay</i>	36
	Kationische Stärkederivate als Additiv bei der Papierherstellung	
	<i>Cationic starch derivatives as an additive in paper production</i>	38
■	Funktionale Polymersysteme	
	<i>Functional polymer systems</i>	40
	Funktionalisierte Polymere – Schlüssel für neue Technologien	
	<i>Functional polymers – the key to new technologies</i>	42
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	46
	Neuartige Beleuchtung mit OLEDs	
	<i>Novel illumination with OLEDs</i>	48
	Polymermaterialien für den Einsatz in organischen Feldeffekttransistoren	
	<i>Polymer materials for application in organic field effect transistors</i>	50
	Klebstofffreies Verbinden von Kunststoffen	
	<i>Adhesive-free bonding of plastics</i>	52
	Thermotrope Kern/Schale-Partikel für den Sonnenschutz	
	<i>Thermotropic core/shell particles for sun protection</i>	54
	Diffraktive Messmethoden zur Charakterisierung optischer 3-D-Gitter auf Basis kolloidaler Kristalle	
	<i>Diffraction optical characterization methods of 3-D gratings based on colloidal crystals</i>	56
	Maßgeschneiderte wasserstoffverbrückte polyphile Blockmoleküle	
	<i>Tailor-made hydrogen-bonded polyphilic block molecules</i>	58

■	Synthese- und Polymertechnik	
	<i>Synthesis and polymer technology</i>	60
	Nachhaltige Synthese- und Polymertechnik	
	<i>Sustainable synthesis and polymer technology</i>	62
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	66
	Transparente PET-Nanokomposite	
	<i>Transparent PET nanocomposites</i>	68
	Verfahrensentwicklung bis zum Pilotmaßstab am Beispiel einer inversen Emulsionspolymerisation	
	<i>Process development up to pilot scale exemplified by an inverse emulsion polymerization</i>	70
■	Wasserbasierende Polymersysteme	
	<i>Water-based polymer systems</i>	72
	Profil wasserbasierender Polymersysteme	
	<i>Features of water-based polymer systems</i>	74
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	76
	Polymeradditive für wässrige Feuerlösch- und Brandschutzmittel	
	<i>Polymer additives for aqueous fire suppressants and flame retardants</i>	78
	Polymerpartikel für optische Technologien	
	<i>Polymer particles for optical technologies</i>	80
	Künstliche Augenhornhaut	
	<i>Towards an artificial cornea</i>	82
	Intelligente Polymermaterialien für die Biomedizin	
	<i>Intelligent polymer materials for biomedicine</i>	84
■	Pilotanlagenzentrum Schkopau	
	<i>Pilot Plant Center Schkopau</i>	86
	Polymertechnologie im Pilotanlagenzentrum PAZ	
	<i>Polymer technology in the Pilot Plant Center PAZ</i>	88
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	92
	Polyolefine	
	<i>Polyolefins</i>	94
	Verbesserung der Energieeffizienz bei der Herstellung von Lösungskautschuk	
	<i>Improving energy efficiency in the production of solution rubber</i>	96
	Prozessoptimierung bei der Spritzgießcompoundierung	
	<i>Optimizing the injection molding compounding process</i>	98
■	Namen, Daten, Ereignisse	
	<i>Names, data, events</i>	100
	Laboraustattung	
	<i>Laboratory equipment</i>	102
	Graduierungsarbeiten	
	<i>Theses</i>	106
	Wissenschaftliche Zusammenarbeit	
	<i>Scientific cooperation</i>	109
	Ereignisse	
	<i>Events</i>	112
	Präsentationen und Publikationen	
	<i>Presentations and publications</i>	113
	Patente	
	<i>Patents</i>	118
	Anreise	
	<i>How to reach us</i>	120

15 Jahre Fraunhofer IAP

Im Jahr 2007 konnte das Fraunhofer IAP auf sein 15-jähriges Bestehen und damit auf ein kleines Jubiläum zurückblicken. Das Institut, das 1992 in Teltow-Seehof am Südrand von Berlin zunächst als Fraunhofer-Einrichtung für Angewandte Polymerforschung gegründet wurde, hat in den vergangenen 15 Jahren eine bemerkenswerte Entwicklung genommen. In dieser Zeit hat sich die Anzahl der Mitarbeiter nahezu verdoppelt und die externen Einnahmen sind auf mehr als das Vierfache angewachsen. Meilensteine der Entwicklung waren die Umwandlung der Fraunhofer-Einrichtung in ein Fraunhofer-Institut 1994, der Umzug in das neue Institutsgebäude im Wissenschaftspark Potsdam-Golm im Jahr 2000 sowie die Eröffnung des Pilotanlagenzentrums für Polymersynthese und -verarbeitung in Schkopau – eine gemeinsame Initiative der Fraunhofer-Institute IAP und IWMH – im Jahr 2005. Diese Entwicklung ist eng verbunden mit dem Wirken der beiden Institutsleiter Prof. Zimmermann (bis 1997) und Dr. Buller (ab 1997), der bis zu seiner Berufung in den Vorstand der Fraunhofer-Gesellschaft im Juni 2006 die wirtschaftsorientierte Ausrichtung und das Wachstum des Instituts wesentlich vorangetrieben hat.

Nahtlos schließen sich hieran die gegenwärtigen Aktivitäten zur zweiten Ausbaustufe des Instituts in Potsdam-Golm in Form eines Anwendungszentrums für Polymer-Nanotechnologien an, das 2007 genehmigt wurde. Die Fertigstellung ist für 2010 geplant. Im Mittelpunkt stehen hierbei neue Technologien zur Herstellung von elektrischen und optischen Funktionsmaterialien und Devices, nanobiotechnologische Verfahren zur Funktionalisierung von Biomaterialoberflächen sowie biotechnologische Verfahren zur effektiveren Nutzung nachwachsender Rohstoffe.

Das Jahr 2007 hat erneut gezeigt, dass das Fraunhofer IAP in einmaliger Form

die Kompetenzen auf den Gebieten der Biopolymere und der synthetischen Polymere kombiniert und nutzt. Dieses Potenzial, aber auch die Perspektiven, die polymere Funktionsmaterialien in technischen und biomedizinischen Anwendungen aufzeigen, lassen uns mit großer Zuversicht in die Zukunft schauen. Neben den Industriekooperationen werden dabei Möglichkeiten der Zusammenarbeit mit anderen forschenden Einrichtungen genutzt und gesucht, insbesondere mit der Universität Potsdam, den Max-Planck-Instituten und dem Fraunhofer IBMT im Wissenschaftspark Potsdam-Golm. Hervorzuheben ist hier das in 2007 angelaufene Verbundprojekt »Synthetische bioaktive Oberflächen«. Das von der Fraunhofer- und der Max-Planck-Gesellschaft gemeinsam finanzierte Modellvorhaben stellt eine Schnittstelle zwischen Grundlagen- und angewandter Forschung dar. Ebenfalls in 2007 gestartet ist das »Fraunhofer-Innovationscluster Polymertechnologie« in Mitteldeutschland, an dem das Pilotanlagenzentrum in Schkopau, die Mutterinstitute Fraunhofer IAP und IWMH, Universität und Hochschule in Halle und Merseburg sowie die lokale Industrie beteiligt sind. Insgesamt wird auf diese Weise die bisherige Entwicklung des Fraunhofer IAP, die auf Kontinuität und Veränderung, Bewahrung ertragreicher Felder und Aufbau neuer Arbeitsrichtungen beruht, unter Nutzung aller Möglichkeiten weitergeführt.

In den vergangenen 15 Jahren wurde das Institut begleitet von einem wohlgesonnenen Kuratorium, dessen Mitglieder dem Institut stets Rat und Unterstützung zuteil werden ließen. Die gute Entwicklung des IAP und das erfolgreiche Jahr 2007 wären ohne das Vertrauen der Auftraggeber und Kooperationspartner sowie dem Einsatz und die Ideen der Mitarbeiter und Mitarbeiterinnen nicht möglich gewesen. Die Institutsleitung dankt Ihnen allen dafür herzlich.

15 years of Fraunhofer IAP

In 2007, Fraunhofer IAP was celebrating its 15th anniversary. Founded on the outskirts of Berlin in 1992 as Fraunhofer Institution for Applied Polymer Research, IAP has made remarkable progress since its beginnings. Over the past 15 years, the number of employees at the Institute has doubled, and external revenues have increased four-fold. Major milestones have included the Fraunhofer Institution becoming a Fraunhofer Institute in 1994, relocating to a new building in the Science Park in Potsdam-Golm in 2000, and the opening of the Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing in Schkopau – a joint initiative of the Fraunhofer Institutes IAP and IWMH – in 2005. This development was largely a product of the efforts of institute directors Prof. Zimmermann (until 1997) and Dr. Buller (from 1997). Both of them upheld the institute's business-oriented strategy, which had a major impact on its growth until Dr. Buller was elected to the Fraunhofer-Gesellschaft's Executive Board in June 2006.

The Institute's current activities are continuing along the same path. The second stage of expansion for the Institute in Potsdam-Golm was approved in 2007, and will take the form of an Application Center for Polymer Nanotechnologies. The center is expected to be completed in 2010. It will focus on developing new technologies for the production of electrical and optical functional materials and devices, nanobiotechnological processes for the functionalization of biomaterial surfaces, and biotechnological processes for the effective utilization of renewable raw materials.

In 2007, Fraunhofer IAP proved once again that it combines and utilizes its competencies in biopolymers and synthetic polymers in a unique way. This expertise, coupled with the new potential created through polymer functional

materials in technical and biomedical applications, give us reason to be confident about the future. Besides cooperative ventures with industry, we actively seek opportunities to collaborate with other research institutions, including the University of Potsdam, the Max Planck Institutes and the Fraunhofer IBMT at the Golm Science Park. The "Synthetic bioactive surfaces" campus project, which was initiated in 2007, is particularly noteworthy. The model project, which is jointly financed by the Fraunhofer-Gesellschaft and the Max Planck Society, serves as an interface between fundamental and applied research. Located in central Germany, the "Fraunhofer Innovation Cluster Polymer Technology" was also initiated in 2007. Participants include the Pilot Plant Center in Schkopau, the Fraunhofer IAP and IWMH parent institutes, the Universities of Halle and Merseburg and local industry. Fraunhofer IAP's current strategy, which is based on continuity and change, maintaining profitable activities while developing new research directions, will continue to be pushed forward by exploiting all opportunities.

Over the past 15 years, the members of the Advisory Board have consistently supported the Institute's activities. Fraunhofer IAP's remarkable development and the Institute's success in 2007 would not have been possible without the trust of our clients and cooperation partners. The dedication, commitment and ideas of our employees also played a decisive role. On behalf of the Steering Committee, thank you all for your valuable contribution.



Hans-Peter Fink

Dr. habil. Hans-Peter Fink
Institutsleiter (komm.)
Acting Director



Das Institut *The Institute*

Das Fraunhofer IAP im Überblick
Overview of the Fraunhofer IAP

Kuratorium
Advisory Board

Das Institut in Zahlen
The Institute in figures

Organisation und Schwerpunkte
Organization and key aspects

Ansprechpartner
Contact persons

Forschungsbereiche
Research divisions

Die Fraunhofer-Gesellschaft
The Fraunhofer-Gesellschaft

Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile
The Fraunhofer Materials and Components Alliance

Das Fraunhofer IAP im Überblick

Der erste Blick über den Schreibtisch beweist es schon: Polymere, egal ob in Form von Kunststoffen, Fasern, Folien, Funktionsmaterialien oder Spezialprodukten, sind aus dem Alltag nicht mehr wegzudenken. Die dafür eingesetzten Ausgangsstoffe – Erdöl für die synthetischen Polymere und nachwachsende Rohstoffe für die nativen Polymere – liefern Materialien mit jeweils typischem Eigenschafts- und Anwendungsprofil. Polymere aus beiden Rohstoffquellen werden im Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP für die Entwicklung neuer, effizienter Werkstoffe, Funktionsmaterialien und Prozesshilfsmittel eingesetzt und effektiv und kreativ verarbeitet.

Die Nutzungsmöglichkeiten für die nativen Polymere Cellulose und Stärke, die von Alters her aus nachwachsenden Rohstoffen nahezu unbegrenzt zur Verfügung stehen, sind noch lange nicht ausgeschöpft. Forschung und Entwicklung rund um diese vielseitigen Rohstoffe werden im Fraunhofer IAP schwerpunktmäßig betrieben. Mit dem gewachsenen Know-how um Aufschluss, Charakterisierung und Modifizierung dieser Polymere werden im IAP neue Produkte und umweltfreundliche Produktionsverfahren entwickelt. Die Produktpalette umfasst u. a. Cellulose-derivate für medizinische Anwendungen, Fasern, Nonwovens, Folien und Kompositmaterialien sowie eine Vielzahl von Anwendungen der Stärke im Non-Food-Bereich.

Das Pendant zu den nativen Polymeren stellen Polymersynthese und -technik der klassischen Kunststoffe dar, wie Polypropylen, Heterokettenpolymere oder netzwerkbildende Polymere. Das Eigenschaftsprofil dieser Kunststoffe wird stark durch den Polymerisationsprozess geprägt. Schon durch Variation einzelner Parameter bei der Polymersynthese können leistungsstärkere, oder auch kostengünstigere Materialien mit charakteristischen Merkmalen

entstehen. Durch Optimierung der Prozessparameter werden am Institut klassische Kunststoffe weiterentwickelt, bzw. mit neuen Eigenschaften versehen. Selbstverständlich werden alle Änderungen analytisch verifiziert – auch die anschließende Verarbeitung zum fertigen Produkt kann im Fraunhofer IAP optimiert werden. Mit der Inbetriebnahme von zwei neuen Syntheselinien im Pilotanlagenzentrum im ValuePark Schkopau in 2006 wurde die Entwicklungs- und Wertschöpfungskette am Fraunhofer IAP wesentlich erweitert: ein Scaling-up der Laborergebnisse ist nun bis zum Pilotanlagenmaßstab möglich.

Bei der Entwicklung moderner biobasierter Commodity-Kunststoffe wie Polylactid, potenzieren sich die ausgewiesenen Kompetenzen des Fraunhofer IAP im Bereich der nachwachsenden Rohstoffe und seine umfassenden Erfahrungen mit Synthese und Polymerisation auf einmalige Weise unter einem Dach.

Die gezielte Synthese und Verarbeitung von Polymeren mit besonderen physikalischen Eigenschaften und Funktionen für Hochtechnologieanwendungen ist ein weiteres, zukunftssträchtiges Arbeitsfeld unseres Instituts. Das Spektrum reicht von der Entwicklung von Polymeren mit Halbleitereigenschaften über chromogene, phototrope bis hin zu leuchtenden Polymeren (OLEDs), die in speziellen Devices zum Einsatz gebracht werden. Zunehmende Bedeutung kommt den polymeren Oberflächen zu. Plasmabehandlung, Funktionalisierung und das Aufbringen dünner Schichten sind auf diesem Gebiet abrufbare Methoden des Instituts.

Mit dem Forschungsschwerpunkt der wasserbasierenden Polymersysteme liefert das Fraunhofer IAP entscheidende Beiträge zur Entwicklung unentbehrlicher Schlüsselsubstanzen für die Abwasser- und Umwelttechnologie, Pa-

pier- oder Lackindustrie. Dies gilt auch für biotechnologische Verfahren sowie für kosmetische und pharmazeutische Produkte. Das universelle Lösungsmittel der Natur ist das Wasser, daher eignen sich diese Polymersysteme hervorragend für den Einsatz in der Medizin bzw. Medizintechnik und der Nanobiotechnologie.

Das Fraunhofer IAP bearbeitet Aufträge von lokal angesiedelten mittelständischen Unternehmen der Kunststoffbranche bis zu weltweit operierenden Großunternehmen im In- und Ausland stets mit derselben Sorgfalt und hohem wissenschaftlichen Engagement. Aufgrund umfassender Erfahrungen und Kompetenzen, interdisziplinärer Zusammensetzung der Forscherteams aus Chemikern, Physikern und Ingenieuren sowie erstklassiger Ausstattung im Labor- und Technikumsmaßstab können unsere Kunden fundierte Beratung und maßgeschneiderte Lösungen zu fast allen Fragen auf dem Polymergebiet erwarten.

Overview of the Fraunhofer IAP

Polymers are long-chain molecules that we encounter in everyday life in the form of plastics, fibers, films, functional materials or specialty products. We distinguish between synthetic petroleum-based polymers and natural polymers obtained from renewable resources. Both polymer classes have their own typical properties and application profiles and are used at the Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research IAP to develop new, efficient materials and process aids.

The natural polymers cellulose and starch are a main focal point of research and development at the Fraunhofer IAP. The Institute develops new products and environment-friendly production processes on the basis of these versatile raw materials, using its comprehensive know-how in the processing, characterization and modification of these polymers. The product range comprises cellulose derivatives for medical applications, fibers, nonwovens, films and composite materials, and a variety of starch applications in the non-food sector. These include the development of new plastics based on low-molecular-weight renewable resources. The design of promising biobased commodity plastics such as polylactide is an area in which the Fraunhofer IAP is able to combine its competences in renewable raw

materials and synthesis processes in a unique way.

Synthetic plastics are created by the polymerization of monomers. Variation of individual parameters in polymer synthesis can lead to higher-performance or lower-cost materials with characteristic attributes. By optimizing process parameters, conventional plastics are being further developed and provided with new properties. Naturally, all modifications are analytically verified and the Fraunhofer IAP can also optimize subsequent processing into the finished product. With the startup of two additional synthesis lines at the Pilot Plant Center in the Schkopau ValuePark in 2006, the Fraunhofer IAP can now scale up further laboratory results to pilot plant level. This substantially expands the development and value chain at the Institute.

Another promising research activity at our Institute is the synthesis and processing of polymers with special physical properties and functions for high-technology applications. The spectrum ranges from semiconducting and electroluminescent polymers to those with charge-saving characteristics. We also synthesize polymers that can convert light, pressure and vibrations into electric voltage. Other polymer systems possess the ability to save optical

data reversibly or irreversibly or to shift the wavelength of light. Functional polymers can also be used to modify surfaces. They make it possible, for example, to print adhesive-bond or paint polyolefins.

Water-based and water-soluble polymer systems are another important aspect of the Fraunhofer IAP's work. They are key substances in wastewater treatment, environmental technology, the papermaking and coating industries, biotechnology processes, and cosmetic and pharmaceutical products. These polymers are also the basis for a number of materials used in medicine/medical technology and nanobiotechnology. Heterogeneous water-based polymer systems also permit resource-saving, environment-friendly processing of conventional materials.

The customers of the Fraunhofer IAP range from local, medium-sized companies in the plastics industry to large domestic and foreign companies operating on a global scale. To provide supportive consultation for our customers in the polymer area and develop customized solutions, the chemists, physicists, and engineers at our Institute work closely together in interdisciplinary research teams.



Kuratorium *Advisory Board*

Das Kuratorium berät und unterstützt die Organe der Fraunhofer-Gesellschaft sowie die Institutsleitung. Mitglieder des Kuratoriums in 2007 waren:

The Advisory Board advises and supports the Fraunhofer-Gesellschaft as well as the Institute's director. The following persons were members of the Advisory Board in 2007:

Dr. Rudolf Müller-Mall,
Vorsitzender des Kuratoriums
(bis Juni 2007)
BASF AG, Ludwigshafen

Dr. Thomas Müller-Kirschbaum,
Vorsitzender des Kuratoriums
(ab Juni 2007)
Henkel KGaA, Düsseldorf

Prof. Dr. Gerhard Koßmehl,
Stellvertretender Vorsitzender des
Kuratoriums, Berlin

Prof. Dr. Wilfried Arlt,
Technologiestiftung Brandenburg,
Loxstedt

Prof. Dr. Andrzej Bledzki
Universität Kassel,
Institut für Werkstoffmechanik

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

Dr. Bernd Hunger,
Bundesministerium für Bildung und
Forschung, Bonn

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

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

Prof. Dr. Jürgen Kurths,
Universität Potsdam,
Institut für Physik, Potsdam

Dr. Volker Landschütze
Bayer Bioscience GmbH,
Potsdam

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

Prof. Dr. Gerd Marowsky,
Laser Laboratorium Göttingen e.V.,
Göttingen

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

Dr.-Ing. Christoph Mühlhaus,
Dow Olefinverbund GmbH, Schkopau

Dr. Klaus Nachtkamp,
Dow Wolff Cellulosics GmbH,
Walsrode

Konstanze Pistor,
Ministerium für Wissenschaft, For-
schung und Kultur des Landes Branden-
burg, Potsdam

Dr. Birgitt Reiche,
Hesco Kunststoffverarbeitung GmbH,
Luckenwalde

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

Prof. Dr. Klaus-Peter Schulze,
ZAB – ZukunftsAgentur Brandenburg,
Potsdam

Dr. Manfred Stickler,
Evonik Röhm GmbH,
Darmstadt

Das Institut in Zahlen The Institute in figures

Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt betrug im Jahr 2007 etwa 11,0 Millionen Euro. Gegenüber dem Vorjahr stieg er um 0,2 Millionen Euro.

Ertragsstruktur

Die Wirtschaftserträge im Jahr 2007 betragen 4743 T Euro. Das entspricht 43,1 Prozent des Betriebshaushalts. Die Erträge setzten sich wie folgt zusammen (in T Euro):

Wirtschaftserträge	4743
Forschungsförderung DFG	113
Vertragsforschung BMVEL/FNR	1159
Vertragsforschung BMBF	1707
Vertragsforschung BMWA	642
Vertragsforschung EU	162
Sonstige Erträge	363
Grundfinanzierung	2126

Investitionshaushalt

Das Investitionsvolumen betrug insgesamt 2,4 Millionen Euro.

Mitarbeiterentwicklung

Ende 2007 waren im Fraunhofer IAP insgesamt 164 Personen beschäftigt.

Stammpersonal	125
davon:	
Wissenschaftliche Mitarbeiter	63
Technische Mitarbeiter	52
Verwaltung	10
Nachwuchs	39
davon:	
Doktoranden	17
Auszubildende	7
Hilfskräfte	9
Praktikanten	6

Institute's budget

In 2007 the Institute's budget amounted to about 11.0 million euros. Compared to the previous year it increased by 0.2 million euros.

Revenues

In 2007 the industrial revenues amounted to 4743 thousand euros or 43.1 percent of the budget. The revenues are composed as listed (in thousand euros):

Industrial revenues	4743
Research funding DFG	113
Contract research BMVEL/FNR	1159
Contract research BMBF	1707
Contract research BMWA	642
Contract research EU	162
Miscellaneous revenues	363
Basic funding	2126

Capital budget

The investment volume amounted to 2.4 million euros.

Human resources

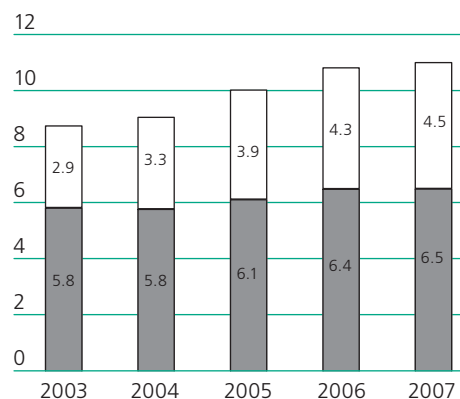
At the end of 2007, the Fraunhofer IAP employed 164 people.

Permanent staff	125
thereof:	
Scientific staff	63
Technical staff	52
Administration	10
Junior staff	39
thereof:	
Ph.D. students	17
Apprentices	7
Back staff	9
Trainees	6

Kontakt Contact

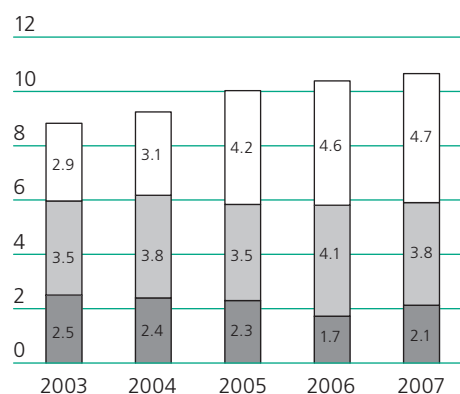


Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand
Verwaltungsleiterin Head of administration
Telefon: +49(0)331/568-11 57
Fax: +49(0)331/568-25 57
marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de



Institute's budget [million euros]

□ Non-personnel costs
■ Personnel costs



Revenues [million euros]

□ Industry
■ Public sector
■ Basic funding

Organisation und Schwerpunkte

Stand April 2008

<p>Verwaltungsleitung <i>Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand</i></p>	<p>Institutsleitung</p> <p>Institutsleiter (komm.) <i>Dr. habil. Hans-Peter Fink</i></p>		<p>PR & Marketing <i>Dr. Sandra Mehlhase</i></p>	
<p>Native Polymere <i>Dr. habil. Hans-Peter Fink</i></p>	<p>Funktionale Polymersysteme <i>Dr. Armin Wedel</i></p>	<p>Synthese- und Polymertechnik <i>Dr. Mathias Hahn</i></p>	<p>Wasserbasierende Polymersysteme <i>Prof. Dr. André Laschewsky (Wissenschaftlicher Direktor, Fraunhofer IAP)</i></p>	<p>Pilotanlagenzentrum Schkopau <i>Dr. Mathias Hahn Prof. Dr. Michael Bartke (Wissenschaftlicher Leiter, PAZ)</i></p>
<p>Polysaccharidchemie <i>Dr. Bert Volkert</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Polysaccharidderivate für Medizin, Biotechnologie, Kosmetik-, Bau-, Waschmittel- und Papierindustrie Gezielte Veretherung, Veresterung, Oxidation, Pfropfpolymerisation sowie enzymatische Behandlung an Polysacchariden 	<p>Physik und Technologie von Polymeren und Bauelementen <i>Dr. Armin Wedel</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Technologien für Sensoren, OLEDs, optoelektronische Bauelemente und flexible integrierte Systeme Elektrete / Ferroelektrete Polymere Nanokomposite 	<p>Polymersynthese <i>Dr. Antje Lieske</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Heterophasenpolymerisation (Co-)Polykondensation und Polyaddition (Nicht-) Reaktive Compoundierung 	<p>Wasserbasierende Funktionspolymere und Kolloide <i>Prof. Dr. André Laschewsky</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Monomer- und Polymersynthese, radikalische Polymerisation, chem. Modifizierung Wasserlösliche Polymere, Polyelektrolyte, Hydrogele Polymerkolloide, Latices Additive, Tenside 	<p>Synthese <i>Dr. Ulrich Wendler</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Dispersionen Emulsionspolymerisation Anion. Lösungspolymerisation Massepolymerisation Reaktivextrusion Verfahrensentwicklung Scale-up
<p>Stärke / Molekulare Eigenschaften <i>Dr. Waltraud Vorwerg</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Stärkemodifizierung, Analytik von Polymeren und niedermolekularen Substanzen Additive für Papier, Streichfarben, Klebstoffe, Farben, Kosmetik, Pharmazie und Lebensmittel, Beschichtung, Verpackungsmittel, Abwasserreinigung 	<p>Polymerer und Elektronik <i>PD Dr. habil. Silvia Janietz</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Aktive Polymere und Polymersysteme für den Einsatz in organischen Leuchtdioden, Schaltkreisen und Photovoltaik 	<p>Mikroverkapselung <i>Dipl.-Ing. Monika Jobmann</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Mikrokomposite (Mikrokapseln und Matrixpartikel) Mikroverkapselung für Life Science- und technische Anwendungen Schäume Aminoharze 	<p>Funktionspolymere für die Medizintechnik <i>Dr. Joachim Storsberg</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Polymere für biomedizinische Materialien, z. B. Intraokularlinsen, antimikrobielle Ausrüstung 	<p>Verarbeitung <i>Dipl.-Ing. Peter Stache</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Material-, Verfahrens- und Bauteilentwicklung für langfaser-verstärkte Thermoplaste (LFT) Extrusion, Spritzguss Compoundierung bis Spritzguss in einer Maschine (IMC)
<p>Materialentwicklung und Strukturcharakterisierung <i>Dr. Johannes Ganster</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Kompositmaterialien mit celluloseischer Verstärkung Biokomposite Nanokomposite Charakterisierung übermolekularer Strukturen Materialprüfung 	<p>Chromogene Polymere <i>Dr. Arno Seeboth</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Thermochrome Kunststoffe für Solartechnik, Maschinenbau, Kraftfahrzeug- und Informationstechnik Zelluläre Materialien Extrusionstechnik Sonnenschutzverglasung 			
<p>Processing <i>Dr. Horst Ebeling</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Entwicklung von Herstellungsverfahren für Fasern, Nonwovens und Folien Viskose-, Carbamat-, Lyocellverfahren Blasfolienherstellung 	<p>Oberflächen <i>Dr. Andreas Holländer</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Technologieentwicklung für Chemie an Polymeroberflächen Oberflächenanalytik 	<p>Polymerphotochemie <i>PD Dr. habil. Joachim Stumpe</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Optische und photosensitive Funktionsmaterialien Polymerphotochemie Holographische Materialien, Verfahren und Elemente Optische Filme 		
	<p>Optische Funktionsmaterialien <i>PD Dr. habil. Dietmar Janietz</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Synthese und Charakterisierung von flüssigkristallinen Materialien mit thermotropen Eigenschaften Herstellung dünner anisotrop strukturierter Filmkomponenten mit komplexen optischen Eigenschaften 			

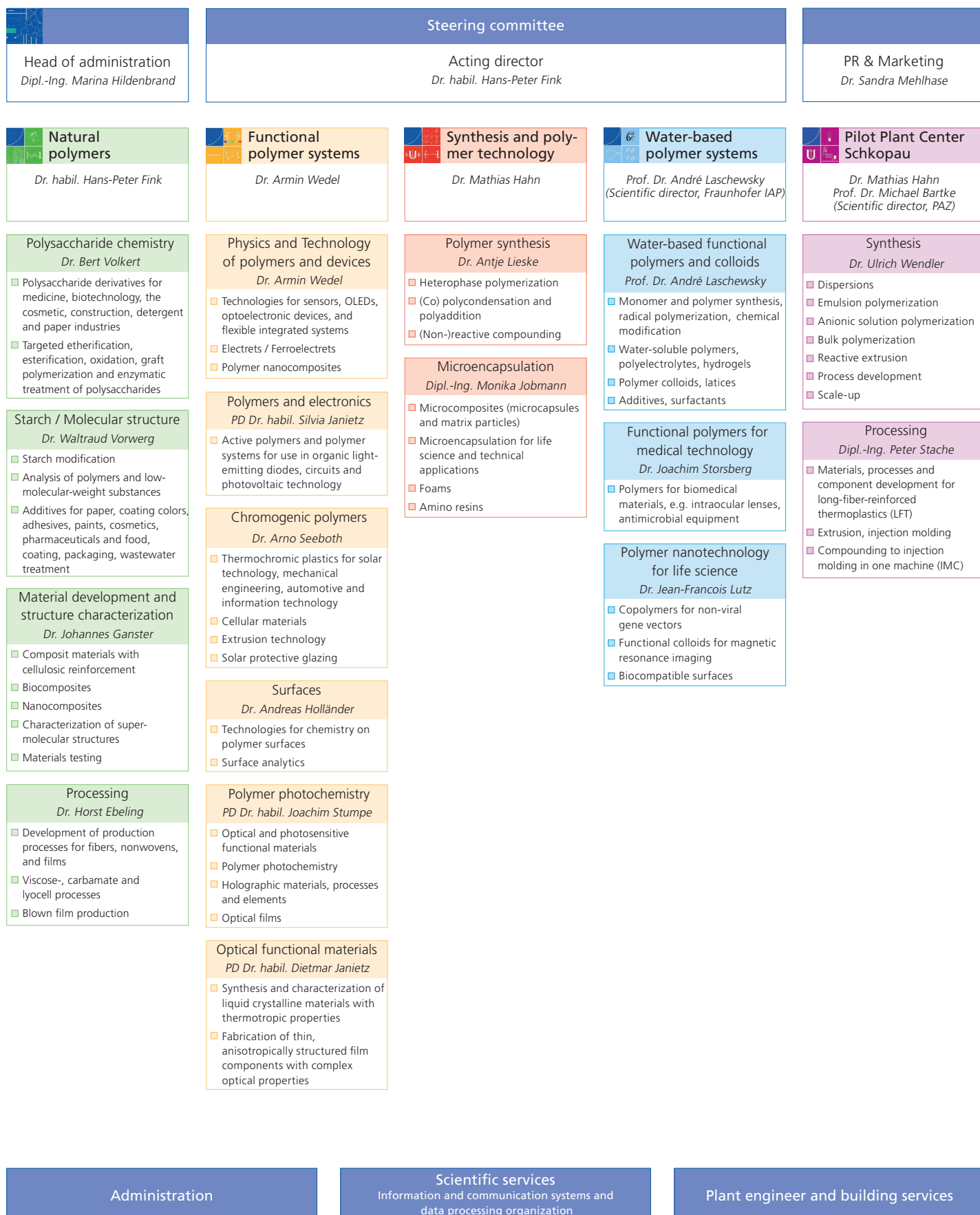
Verwaltung

Wissenschaftliche Dienste
 I- und K-Systeme und DV-Organisation

Betriebsingenieur und Haustechnik

Organization and key aspects

Status April 2008




Ansprechpartner *Contact persons*

Institutsleitung *Steering committee*

 **Institutsleiter (komm.)**
Acting director

Dr. habil. Hans-Peter Fink Tel.: +49 (0) 331 / 568-1112 E-Mail: hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

 **Verwaltungsleiterin**
Head of administration

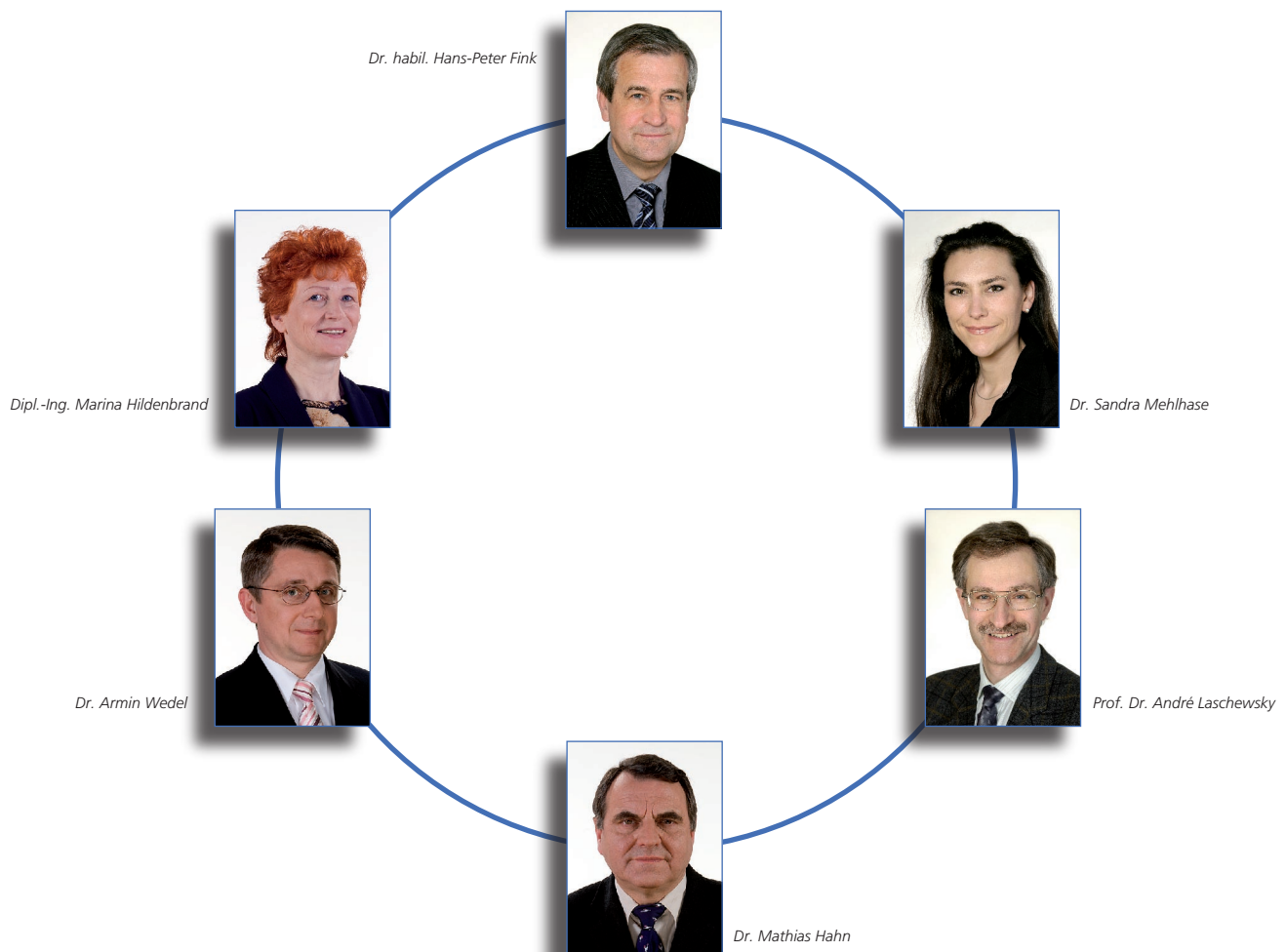
Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand Tel.: +49 (0) 331 / 568-1157 E-Mail: marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de

 **PR & Marketing**


Dr. Sandra Mehlhase Tel.: +49 (0) 331 / 568-1151 E-Mail: sandra.mehlhase@iap.fraunhofer.de

 **Sekretariat der Institutsleitung**
Secretariat of the steering committee

Anett Koch Tel.: +49 (0) 331 / 568-1110 E-Mail: anett.koch@iap.fraunhofer.de



Forschungsbereiche Research divisions

 Native Polymere Natural polymers			
	Dr. habil. Hans-Peter Fink	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1112	E-Mail: hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Bert Volkert</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1516	E-Mail: bert.volkert@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Waltraud Vorwerg</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1609	E-Mail: waltraud.vorwerg@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Johannes Ganster</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1706	E-Mail: johannes.ganster@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Horst Ebeling</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1810	E-Mail: horst.ebeling@iap.fraunhofer.de
 Funktionale Polymersysteme Functional polymer systems			
	Dr. Armin Wedel	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1910	E-Mail: armin.wedel@iap.fraunhofer.de
	<i>PD Dr. habil. Silvia Janietz</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1208	E-Mail: silvia.janietz@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Arno Seeboth</i>	Tel.: +49 (0) 30 / 6392-4258	E-Mail: arno.seeboth@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Andreas Holländer</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1404	E-Mail: andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de
	<i>PD Dr. habil. Joachim Stumpe</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1259	E-Mail: joachim.stumpe@iap.fraunhofer.de
	<i>PD Dr. habil. Dietmar Janietz</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1150	E-Mail: dietmar.janietz@iap.fraunhofer.de
 Synthese- und Polymertechnik Synthesis and polymer technology			
	Dr. Mathias Hahn	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1320	E-Mail: mathias.hahn@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Antje Lieske</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1329	E-Mail: antje.lieske@iap.fraunhofer.de
	<i>Dipl.-Ing. Monika Jobmann</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1213	E-Mail: monika.jobmann@iap.fraunhofer.de
 Wasserbasierende Polymersysteme Water-based polymer systems			
	Prof. Dr. André Laschewsky	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1327	E-Mail: andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Joachim Storsberg</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1321	E-Mail: joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Jean-Francois Lutz</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1127	E-Mail: jean-francois.lutz@iap.fraunhofer.de
 Pilotanlagenzentrum Schkopau Pilot Plant Center Schkopau			
	Dr. Mathias Hahn (Schkopau)	Tel.: +49 (0) 3461 / 2598-110	E-Mail: mathias.hahn@iap.fraunhofer.de
	<i>Prof. Dr.-Ing. Michael Bartke</i>	Tel.: +49 (0) 3461 / 2598-120	E-Mail: michael.bartke@iap.fraunhofer.de
	<i>Dr. Ulrich Wendler</i>	Tel.: +49 (0) 3461 / 2598-210	E-Mail: ulrich.wendler@iap.fraunhofer.de
	<i>Dipl.-Ing. Peter Stache</i>	Tel.: +49 (0) 3461 / 2598-321	E-Mail: peter.stache@iap.fraunhofer.de

Die Fraunhofer-Gesellschaft

Forschung für die Praxis ist die zentrale Aufgabe der Fraunhofer-Gesellschaft. Die 1949 gegründete Forschungsorganisation betreibt anwendungsorientierte Forschung für die Wirtschaft und zum Vorteil der Gesellschaft. Vertragspartner und Auftraggeber sind Industrie- und Dienstleistungsunternehmen sowie die öffentliche Hand. Im Auftrag von Ministerien und Behörden des Bundes und der Länder werden zukunftsrelevante Forschungsprojekte durchgeführt, die zu Innovationen im öffentlichen Nachfragebereich und in der Wirtschaft beitragen.

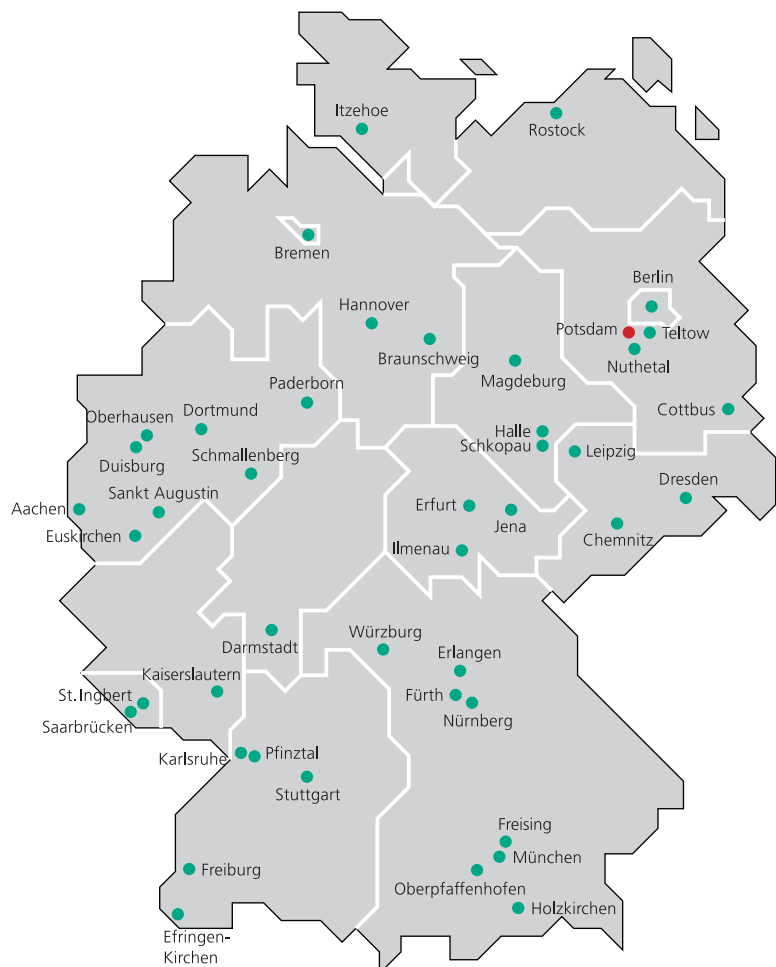
Die Wirkung der angewandten Forschung geht über den direkten Nutzen für die Kunden hinaus: Mit ihrer Forschungs- und Entwicklungsarbeit tragen die Fraunhofer-Institute zur Wettbewerbsfähigkeit der Region, Deutschlands und Europas bei. Sie fördern Innovationen, stärken die technologische Weiterentwicklung, verbessern die Akzeptanz moderner Technik und sorgen auch für Information und Weiterbildung des dringend benötigten wissenschaftlich-technischen Nachwuchses.

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. Studentinnen und Studenten an Fraunhofer-Instituten eröffnen sich wegen der praxisnahen Ausbildung und Erfahrung hervorragende Einstiegs- und Entwicklungschancen in Unternehmen.

Die Fraunhofer-Gesellschaft betreibt derzeit mehr als 80 Forschungseinrichtungen, davon 56 Institute, an 40 Standorten in ganz Deutschland. 13 000 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, überwiegend mit natur- oder ingenieurwissenschaftlicher Ausbildung, bearbeiten das jährliche Forschungsvolumen von 1,3 Milliarden Euro. Davon fallen mehr als 1 Milliarde Euro auf den Leistungsbereich Vertragsforschung. Zwei Drittel dieses Leistungsbereichs erwirtschaftet die Fraunhofer-Gesellschaft mit Aufträgen aus der Industrie und mit öffentlich finanzierten Forschungsprojekten. Nur ein Drittel wird von Bund und Ländern als Grundfinanzierung beigesteuert, damit die Institute Problemlösungen erarbeiten können, die erst 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.

Namensgeber der als gemeinnützig anerkannten Fraunhofer-Gesellschaft ist der Münchner Gelehrte Joseph von Fraunhofer (1787–1826), der als Forscher, Erfinder und Unternehmer gleichermaßen erfolgreich war.



The Fraunhofer-Gesellschaft

Research of practical utility lies at the heart of all activities pursued by the Fraunhofer-Gesellschaft. Founded in 1949, the research organization undertakes applied research that drives economic development and serves the wider benefit of society. Its services are solicited by customers and contractual partners in industry, the service sector and public administration. The organization also accepts commissions 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.

Applied research has a knock-on effect that extends beyond the direct benefits perceived by the customer: Through their research and development work, the Fraunhofer Institutes help to reinforce the competitive strength of the economy in their local region, and throughout Germany and Europe. They do so by promoting innovation, accelerating technological progress, improving the acceptance of new technologies, and not least by disseminating their knowledge and helping to train the urgently needed future generation of scientists and engineers.

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. Students working at the Fraunhofer Institutes have excellent prospects of starting and developing a career in industry by virtue of the practical training and experience they have acquired.

At present, the Fraunhofer-Gesellschaft maintains more than 80 research units, including 56 Fraunhofer Institutes, at 40 different locations in Germany. The

majority of the 13,000 staff are qualified scientists and engineers, who work with an annual research budget of 1.3 billion euros. Of this sum, more than 1 billion euros is generated through contract research. Two thirds of the Fraunhofer-Gesellschaft's contract research revenue is derived from contracts with industry and from publicly financed research projects. Only one third is contributed by the German federal and Länder governments in the form of institutional funding, enabling the institutes to work ahead on solutions to problems that will not become acutely relevant to industry and society until five or ten years from now.

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 is a recognized non-profit organization which takes its name from Joseph von Fraunhofer (1787–1826), the illustrious Munich researcher, inventor and entrepreneur.



Joseph von Fraunhofer (1787-1826)

Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile

Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile (VWB) bündelt die Kompetenzen der materialwissenschaftlich orientierten Institute der Fraunhofer-Gesellschaft und des Fraunhofer-Instituts für Techno- und Wirtschaftsmathematik ITWM 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.

Schwerpunktmäßig 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 Verbunds sind u. a.:

- 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

Beteiligt sind die Fraunhofer-Institute für

- Angewandte Polymerforschung IAP
- Bauphysik IBP
- Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF
- Chemische Technologie ICT
- Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung IFAM
- Holzforschung, Wilhelm-Klauditz-Institut WKI
- Keramische Technologien und Systeme IKTS
- Kurzzeitdynamik, Ernst-Mach-Institut EMI
- Silicatforschung ISC
- Solare Energiesysteme ISE
- Techno- und Wirtschaftsmathematik ITWM (Gast)
- Werkstoffmechanik IWM
- Zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP

Verbundvorsitzender:

Prof. Dr.-Ing. Holger Hanselka
Telefon: +49 (0) 61 51 / 70 5-2 21
Fax: +49 (0) 61 51 / 70 5-3 05
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF
Bartningstraße 47
64289 Darmstadt

Stellvertretender

Verbundvorsitzender:

Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner
Telefon: +49 (0) 7 21 / 46 40-4 01
Fax: +49 (0) 7 21 / 46 40-1 11
Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT
Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
76327 Pfinztal

Geschäftsstelle:

Dr. phil. nat. Ursula Eul
Telefon: +49 (0) 61 51 / 7 05-2 62
Fax: +49 (0) 61 51 / 7 05-2 14
ursula.eul@lbf.fraunhofer.de
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF
Bartningstraße 47
64289 Darmstadt

www.werkstoffe-bauteile.de

The Fraunhofer Materials and Components Alliance

The Fraunhofer Materials and Components Alliance (VWB) brings together the expertise of the Fraunhofer Institutes that specialize in materials science and related disciplines. The Fraunhofer Institute for Industrial Mathematics ITWM is a permanent associated member.

Materials research at the Fraunhofer Gesellschaft covers the entire value chain, from the development of new materials and enhancement of existing materials, through manufacturing technology on a semi-industrial scale and the characterization of material properties, through to studies of their behavior when employed in components and systems. This research also extends to the components produced from such materials and their behavior when employed in systems. In all these areas, empirical tests in laboratories and pilot plants are routinely backed up by numerical simulation and modeling techniques. The work of the Fraunhofer Materials and Components Alliance covers the full range of metallic and inorganic non-metallic materials, polymers and materials created from renewable resources.

The Alliance invests its expertise primarily in areas of importance to the national economy such as energy, health, mobility, information and communication technology, building construction and the home environment, with the aim of producing system innovations by developing materials and components tailored to specific applications.

Among the medium-term goals of the Alliance are to:

- Enhance the efficiency of energy transformation and energy storage systems
- Improve the biocompatibility and functions of materials employed in medical devices and biotechnology processes
- Raise the packing density and improve the performance characteristics of components used in microelectronics and microsystems engineering.
- Increase safety and comfort and cut down the consumption of resources in the areas of traffic engineering, mechanical engineering and plant construction

The Alliance comprises the Fraunhofer Institutes for

- Applied Polymer Research IAP
- Building Physics IBP
- Ceramic Technologies and Systems IKTS
- Chemical Technology ICT
- High-Speed Dynamics, Ernst-Mach-Institut EMI
- Industrial Mathematics ITWM (associated member)
- Manufacturing Engineering and Applied Materials Research IFAM
- Mechanics of Materials IWM
- Non-Destructive Testing IZFP
- Silicate Research ISC
- Solar Energy Systems ISE
- Structural Durability and System Reliability LBF
- Wood Research, Wilhelm-Klauditz-Institut WKI

Chairman of the Alliance:

Prof. Dr.-Ing. Holger Hanselka
Phone: +49 (0) 61 51 / 70 5-2 21
Fax: +49 (0) 61 51 / 70 5-3 05
Fraunhofer Institute for Structural Durability and System Reliability LBF
Bartningstrasse 47
64289 Darmstadt

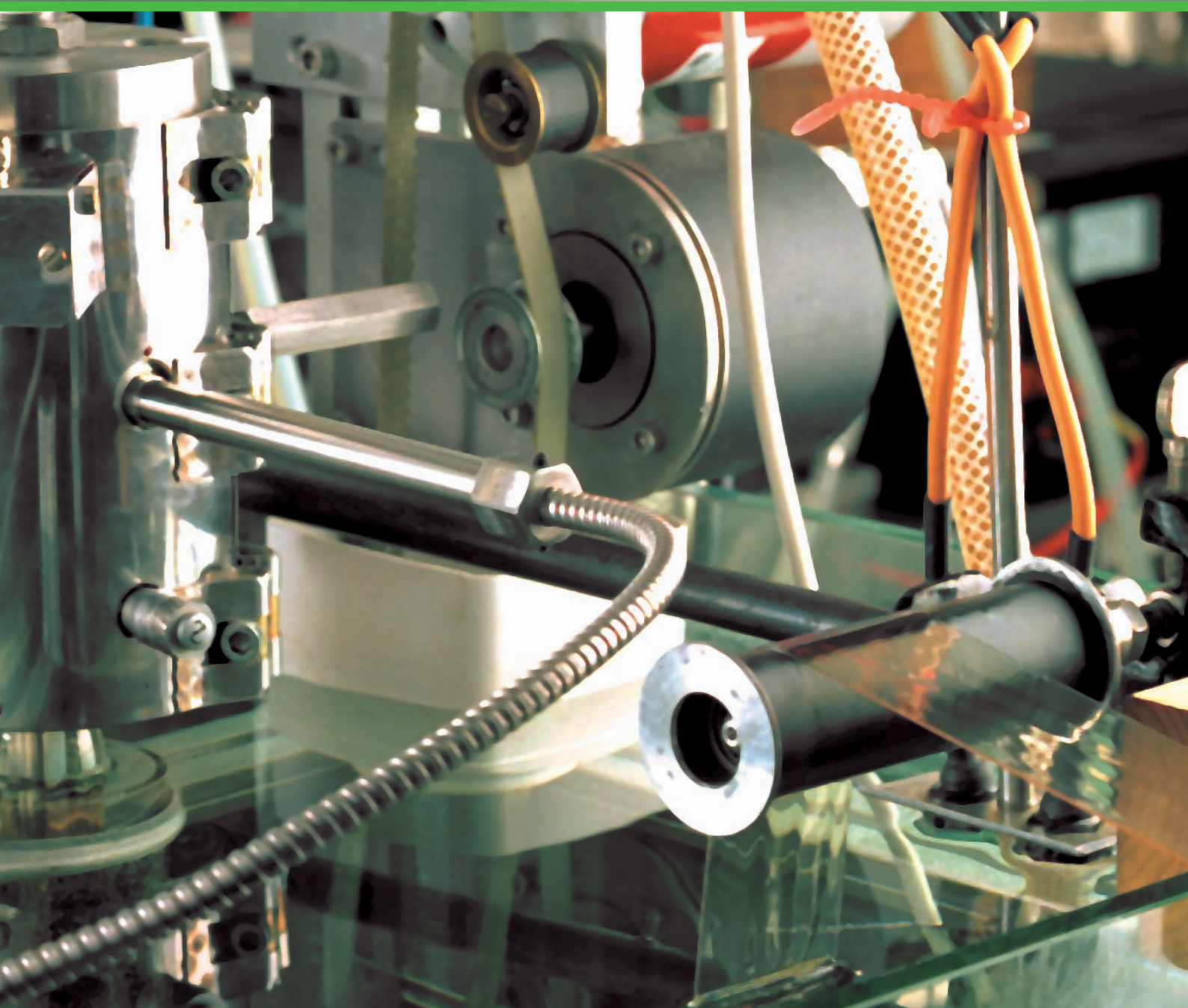
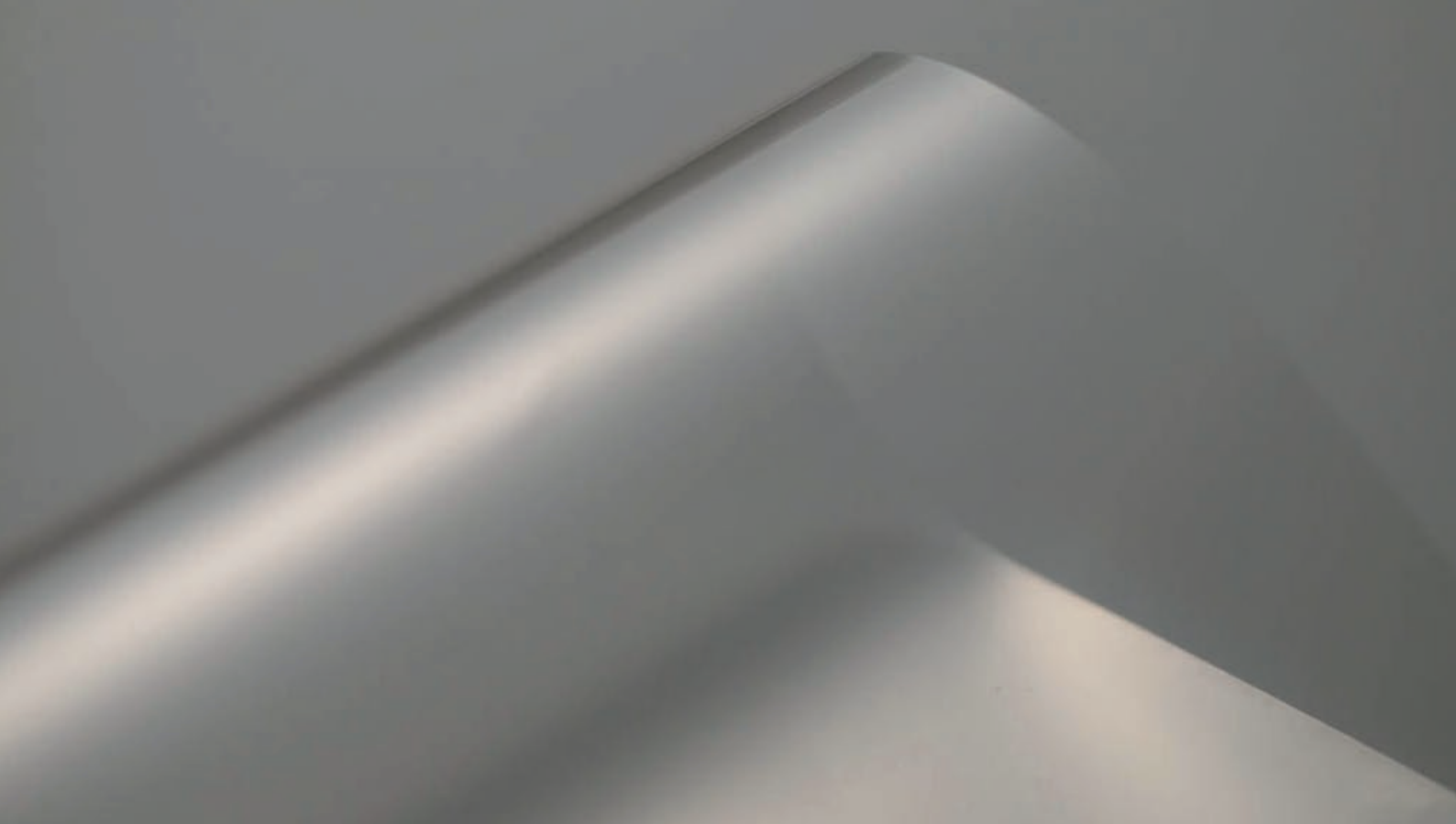
Deputy chairman:

Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner
Phone: +49 (0) 7 21 / 46 40-4 01
Fax: +49 (0) 7 21 / 46 40-1 11
Fraunhofer Institute for Chemical Technology ICT
Joseph-von-Fraunhofer-Strasse 7
76327 Pfinztal

Central office:

Dr. phil. nat. Ursula Eul
Phone: +49 (0) 61 51 / 7 05-2 62
Fax: +49 (0) 61 51 / 7 05-2 14
ursula.eul@lbf.fraunhofer.de
Fraunhofer Institute for Structural Durability and System Reliability LBF
Bartningstrasse 47
64289 Darmstadt

www.werkstoffe-bauteile.de



Native Polymere

Natural polymers

Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP
Biopolymer research at Fraunhofer IAP

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Viscose – Substituentenverteilung am Anhydroglucose-Ring
Viscose – distribution of substituents on the anhydroglucose ring

Stärkebasierte Verdickungsmittel für Kosmetik und Pharmazie
Starch-based thickening agents for cosmetics and pharmaceutical products

Biokomposite aus Polymilchsäure und cellulosischen Spinnfasern
Biocomposites from polylactic acid and cellulosic man-made fibers

Thermoplastische Stärkederivate und ihre Komposite mit nanoskaligen Schichtsilikaten
Thermoplastic starch derivatives and their composites with nano-clay

Kationische Stärkederivate als Additiv bei der Papierherstellung
Cationic starch derivatives as an additive in paper production

*Oben: Stoffliche Nutzung nachwachsender Rohstoffe – Folie auf Basis von modifizierter Stärke.
Top: Recycling of renewable resources – foil based on modified starch.*

*Unten: Verarbeitung thermoplastischer Stärke-Compounds durch Extrusion.
Bottom: Processing of thermoplastic starch compounds by extrusion.*

Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP

Biopolymere, biobasierte Kunststoffe, Bioraffinerien – das sind Arbeitsrichtungen, die auf die zunehmende Verknappung und Verteuerung fossiler Ressourcen eine Antwort geben sollen. Hierbei gewinnt das im Fraunhofer IAP traditionell bearbeitete Gebiet der nativen Polymere eine zunehmende Bedeutung. Einen Schwerpunkt bilden dabei die von der Natur in nahezu unbegrenzter Menge synthetisierten Polysaccharide Cellulose, Hemicellulose, Stärke und Chitin, deren Potenzial für eine nachhaltige industrielle Nutzung heute bei weitem nicht ausgeschöpft ist. Cellulose ist das am häufigsten vorkommende Biopolymer auf der Erde und stellt in Form von Zellstoff einen bedeutenden Rohstoff für die chemische Industrie dar. Aus Chemiezellstoff werden zum einen Produkte aus Regeneratcellulose (u. a. Fäden, Folien, Schwämme, Membranen) und zum anderen vielfältig einsetzbare Cellulosederivate (Thermoplaste, Fasern, Zigarettenfilter, Klebstoffe, Bauhilfsstoffe, Bohrmittel, Hygiene-Produkte, Pharmaka-Komponenten etc.) hergestellt. 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. Im IAP werden dabei insbesondere neue Verfahrensprinzipien für Cellulose entwickelt, die an die Verarbeitung synthetischer Polymere aus der Schmelze angelehnt sind. Auch Stärke gehört zu den unverzichtbaren Ressourcen mit langer Tradition. Einsatzgebiete von Stärke im Non-Food-Bereich sind Additive in der Papierherstellung, Baustoffe, Faserschichten, Klebstoffe, Fermentationen, Biokunststoffe, Reinigungsmittel sowie kosmetische und pharmazeutische Produkte. Die weltweite Zunahme des Bedarfs an modifizierter Stärke führt zu wachsenden

Anforderungen an die Stärkeforschung, entsprechende Produkte und Verfahren zu entwickeln. Ausgehend von der möglichst ganzheitlichen stofflichen Nutzung der Biomasse wurden in den letzten Jahren umfangreiche Kompetenzen zu Lignin als einem wertvollen Abfallprodukt der Zellstoffherstellung aufgebaut und der Einsatz von Rübenschnitzeln für die Polyurethanherstellung vorbereitet. Neben den von der Natur bereitgestellten nativen Polymeren rücken im Fraunhofer IAP zunehmend biobasierte Polymere in den Mittelpunkt, die wie Polylactid aus biotechnologisch gewonnenen niedermolekularen Bausteinen technisch synthetisiert werden und ein großes Potenzial als Erdöl unabhängige Kunststoffe haben. Eine weitere Zielstellung der Biopolymerforschung im IAP besteht in der Nutzung und Optimierung biotechnologischer Prozesse zur direkten stofflichen Verwertung von Biomasse durch Extraktion und Verarbeitung von Inhaltsstoffen aus Agrarprodukten. Aufgrund der umfangreichen Kompetenzen zu nativen Polymeren und nachwachsenden Rohstoffen auf der einen Seite und den Erfahrungen im Forschungsbereich Polymersynthese auf der anderen Seite sind im Fraunhofer IAP alle Voraussetzungen für Biopolymer basierte Produkt- und Prozessentwicklungen gegeben, die von der angewandten Grundlagenforschung im Labor bis zum Betrieb in der Pilotanlage reichen.

Charakterisierung und Untersuchung übermolekularer Strukturen

Eine besondere Stärke des Fraunhofer IAP liegt in der Vielfalt der verfügbaren Methoden und Kompetenzen zur molekularen Charakterisierung und Untersuchung der übermolekularen Struktur nativer Polymere. Dies ist besonders wegen der wachstumsbedingten Variationen von Strukturen und Eigenschaf-

ten der nachwachsenden Rohstoffe in Zusammenhang mit der industriellen Nutzung von Bedeutung. Weiterhin stellt die Ermittlung von Zusammenhängen zwischen Prozessbedingungen, Strukturen und Eigenschaften bei der Entwicklung neuer Cellulose- und Stärkematerialien eine zentrale Aufgabe dar. Neben der Molmassenbestimmung mittels HP-GPC-RI-MALLS und der NMR-Spektroskopie gehören hierzu Röntgenbeugungs- und elektronenmikroskopische Methoden. Ein umfangreiches Methodenarsenal (EM, SAXS, BET, Hg) steht auch zur Charakterisierung der Porosität von Produkten aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verfügung.

Cellulosederivate für Life Science-Anwendungen

Eine Voraussetzung bei der großtechnischen Derivatisierung von Cellulose durch Heterogenreaktionen ist das Aufbrechen der Wasserstoffbrückenbindungen – die sogenannte Aktivierung. Im Fraunhofer 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 Science 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 Aufskalieren in den Technikumsmaßstab (50 L-Reaktor) möglich ist. Die Erfahrungen aus der Cellulosechemie werden heute zunehmend auf Hemicellulosen, Stärke, Pektine und Chitosan übertragen.

Fasern, Folien und Nonwovens

Die (Weiter-) Entwicklung von Cellulose regenerat-Technologien stellt einen weiteren Schwerpunkt der Arbeiten des Fraunhofer IAP dar. Neben dem Viskoseverfahren stehen dabei umweltfreundliche Alternativen wie die Lyocell-Technologie und das Carbamatverfahren im Vordergrund. Als Erfahrungsträger der Viskosetechnologie steht das Institut für Fragen des Rohstoffeinsatzes, Detailverbesserungen oder optimalen Chemikalieneinsatz zur Verfügung. Auf der Grundlage des umweltfreundlichen Lyocell-Verfahrens 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, einer überdurchschnittlich wachsenden Materialklasse. Zusammen mit Industriepartnern wurde zuletzt eine Lyocell-basierte Meltblown-Nonwovens-Technologie entwickelt, die als eine Weltneuheit gemeinsam mit den Partnern zur Vermarktung angeboten wird. Ein anderer vielversprechender Ansatz beruht auf hochkonzentrierten Systemen von Cellulosecarbamat in NMMO/Wasser bzw. in ionischen Flüssigkeiten, die der angestrebten Zielstellung der schmelzartigen Verarbeitung der Cellulose näher kommen und zum Patent angemeldet wurden.

Neue spritzgussfähige Commodity-Materialien

Im Fraunhofer IAP wurden höherbelastbare Composite mit Cellulose regeneratfasern (Reifencord) als Verstärkungsfasern entwickelt, die in den Bereich der glasfaserverstärkten Kunststoffe und der Konstruktionspolymere vordringen sollen. Es wurde gezeigt, dass die neuen Cellulosefaser-PP-Composite bei geringerem Gewicht im Vergleich zu Glasfaser verstärkten Kunststoffen insbesondere eine überragende Schlagzähigkeit aufweisen. Die Einsatzvorbereitung dieser neuen spritzgussfähigen Commodity-Materialien umfasst neben der Materialoptimierung auch gemeinsam mit einem Industriepartner die Entwicklung von Sichtbauteilen im Automobilbau. Die Kombination der cellulosischen Spinnfaser mit einem biobasierten Matrixkunststoff wie PLA oder PHA bietet die einzigartige Möglichkeit, hochwertige biogene und bioabbaubare Composite herzustellen. (www.neue-verbundwerkstoffe.de)

Stärkeprodukte – Verarbeitung und Anwendung

In der Stärkeforschung sind spezielle Eigenschaften wie Wasserlöslichkeit, Wasserbindung oder Viskositätsbildung der Stärke 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 des Fraunhofer IAP. 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 eine besondere Rolle spielt. Im Papierverbund der FNR/BMVEL werden in enger Zusammenarbeit von PTS, Fraunhofer IAP und mehreren Firmen der Stärke- und Papierindustrie Entwicklungsziele 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. Kompakte Dispersionskolloide mit funktionalisierten Oberflächen sind für vielfältige Applikationen gefragt. Native sowie niedrig substituierte Stärken werden durch Anwendung von hydrolysierenden und entzweigenden Enzymen in der Weise modifiziert, dass stabile Kolloidteilchen entstehen, die intensive Wechselwirkungen mit Fasern oder Karton eingehen und spezielle Oberflächeneffekte erzeugen.

Biopolymer research at Fraunhofer IAP

Biopolymers, biobased plastics and biorefinery – these topics should help solve the growing problem of fossil resource scarcity and the resulting increasing prices. The traditional research field of native polymers is gaining importance. Research activities now focus on the unlimited quantity of naturally synthesized polysaccharides such as cellulose, hemi-cellulose, starch and chitin, the potential of which has not yet been exhausted with regard to sustainable industrial use. Cellulose is the most frequently occurring biopolymer on the planet. In the form of dissolving pulp, it is an important industrial raw material. It is processed into regenerated cellulose products such as fibers, films, sponges and membranes. It can also be processed into versatile cellulose derivatives, thermoplastics, fibers, cigarette filters, adhesives, building additives, cutting oils, hygiene products, pharmaceutical components, etc. However, processing cellulose presents some problems, as it cannot be melted and is insoluble in common solvents. As a result, research is needed in a number of areas; current processes and products need to be improved, and new solutions and applications must be developed. IAP focuses especially on developing new processes for cellulose that are based on the melt processes of synthetic polymers. Starch is another indispensable resource with a long tradition. The substance's many functional properties make it suitable for use in the food sector and for technical applications in the non-food sector. Non-food applications include additives for paper manufacturing, construction materials, fiber sizes, adhesives, fermentation, bioplastics, cleaning agents, and cosmetic and pharmaceutical products. The global demand for modified starch is increasing, which means that starch research is under growing pressure to develop suitable products and processes. To further our aim of maximizing the use of the biomass for materials,

we have developed strong lignin competencies in recent years. We have also investigated the use of sugar beet pulp for polyurethane production. Besides its focus on natural polymers, Fraunhofer IAP is concentrating increasingly on biobased polymers such as PLA, which are synthesized from biotechnologically produced monomeric units. These polymers are thought to have major potential as sustainable plastic materials. The use and optimization of biotechnology with the aim of directly applying the biomass by extraction and plant material processing is a further focus of our biopolymer research. With its comprehensive expertise in the field of natural polymers and renewable resources and long-standing experience and knowledge in the realm of polymer synthesis, Fraunhofer IAP is highly qualified to develop products and processes in various areas of biopolymers, ranging from applied basic research in the laboratory to pilot-plant operation.

Characterization and analysis of supermolecular structure

The industrial use of renewable resources generally requires that the starting materials be specifically characterized. In addition, determining relationships between process conditions, structures and properties in the development of new cellulose and starch materials is a key task. In this regard, Fraunhofer IAP's special strength is the availability of the methods and expertise required to carry out molecular characterization and study the supermolecular structure of natural polymers. Besides molecular characterization through HP-GPC-RI-MALLS and NMR spectroscopy, X-ray diffraction methods and electron microscopy are also used. A comprehensive arsenal of methods (EM, SAXS, BET, Hg) is also available to characterize the porosity of products originating from renewable resources.

Cellulose derivatives for life science applications

The derivatization of cellulose on an industrial scale is generally carried out by heterogeneous reactions. Breaking hydrogen bridge bonds in a process known as activation is a key requirement for derivatization. At Fraunhofer IAP, we have extensive experience with activation processes (using caustic soda, urea, enzymes, molten salts, etc.). We have developed a number of specialty products and cellulose derivatives for applications in the life science sector, including separation and carrier materials in bead form, new antigraffiti 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 6-position are suitable for manufacturing symplex membranes or microcapsules. Another example of new cellulose derivatives is that of bi-functional mixed ethers. Work on new cellulose derivatives is generally coupled with process development, with the possibility of up-scaling to pilot-plant operation (50 L reactor). Experience gained in cellulose chemistry is now increasingly being applied to hemicelluloses, starch, pectins and chitosan.

Fibers, films and nonwovens

Developing technologies for regenerated cellulose is another major focus of Fraunhofer IAP's activities. Besides the viscose process, environment-friendly alternatives such as Lyocell technology and the carbamate process for the production of fibers, films and nonwovens are being further developed. As a

viscose technology specialist, Fraunhofer IAP can provide assistance with raw material deployment, detailed improvements or the optimal use of chemicals. On the basis of the environment-friendly Lyocell process, we have developed an extrusion blow molding process, which can be used to produce sausage casings, packaging materials and membranes. With their unique properties, cellulosic fibers are ideally suited to the production of nonwovens. Together with industry partners, Fraunhofer IAP recently developed Lyocell-based meltblown nonwoven technology. The technology is a world first that is now being offered for commercialization. Another promising approach is based on the highly concentrated systems of cellulose carbamate in NMMO/water or ionic liquids. This approach aims to achieve the melt processing of cellulose and is currently the subject of a patent application.

Cellulosic fiber-reinforced plastics

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 has been shown that while the newly developed cellulosic fiber-PP composites are more lightweight than glass fiber-reinforced plastics, they have excellent impact strength. To prepare these new injection moldable commodity plastics for their intended field of application, the materials are currently being optimized. Our institute is also cooperating with an industry partner to develop visible automotive components based on these materials. Combining cellulosic staple fibers with biobased matrix polymers such as PLA or PHA provides a unique opportunity to produce high quality, fully biobased composites (www.new-composites.com).

Starch products – processing and usage

Starch research activities at Fraunhofer IAP are the result of industry's need to adapt the raw material to the requirements of different applications and processes. There is demand for special starch properties 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 of modifying starch and introducing 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/BMVEL), Fraunhofer IAP is working closely with PTS and a number of companies in the starch, paper, cardboard and corrugated board industries to enhance the quality of different end products, while also improving the economics of the production processes and ecology of paper factories. To optimize the surface sizing process used in paper and cardboard manufacturing, the 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 how different processing conditions in the manufacturing of cationic starches affect their properties and with relevant process and quality parameters in pa-

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

Compact dispersion colloids with functionalized surfaces are desired for several applications. Native and low substituted starches are modified by hydrolyzing and debranching enzymes to prepare stable colloidal particles, which produce special surface effects by interacting with fibers or paper.

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 die Papierindustrie, Wasser- und Abwasserreinigung
- Viskositätsregulatoren und Dispersionsstabilisatoren für die Kosmetik-Lebensmittel-, Farb- und Baustoffindustrie sowie die chemische Industrie
- Bakteriencellulose

Verfahrensentwicklung

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

Stärkeprodukte

- Flockungsmittel zur Abwasserreinigung und Schlammwässerung
- Papier- und 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
- Stärkeester für Spritzgussanwendungen

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 Cellulosecarbamat
- 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)

Lyocell Verfahren

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

Verformung und Fälen unter starker Scherung

- Trenn- und Trägermaterialien
- Adsorbentien
- Fibride

Thermoplastische Verformung und Verbundmaterialien

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

Cellulosische Verstärkungsfasern

- Naturfasern (Flachs, Hanf, Jute)
- Mercerisierung von Naturfasern
- Celluloseregeneratfasern

Rohstoffuntersuchung, Materialcharakterisierung und -prüfung

- Charakterisierung von nativen und modifizierten Biopolymeren wie Cellulose, Stärke, Heteropolysacchariden, Chitosan, Lignin
- 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 *Contact*



Forschungsbereichsleiter
Division director

Native Polymere
Natural polymers

Dr. habil. Hans-Peter Fink
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-11 12
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-3000
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Polysaccharidchemie
Polysaccharide chemistry

Dr. Bert Volkert
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-15 16
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 16
bert.volkert@iap.fraunhofer.de

Stärke/ Molekulare Eigenschaften
Starch/ Molecular properties

Dr. Waltraud Vorwerg
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-16 09
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 09
waltraud.vorwerg@iap.fraunhofer.de

Processing
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

Materialentwicklung und Strukturcharakterisierung
Material development and structure characterization

Dr. Johannes Ganster
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-17 06
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Applications and services

Cellulose products

- cellulose derivatives of all types
- bead cellulose as separating agent and carrier material for pharmacy and medicine
- blood-compatible additives, coagulants and coatings for medicine
- biocompatible symplex capsules for biotechnology and pharmacy
- biodegradable superabsorbers for hygiene articles and cosmetics
- symplex membranes for distillation-free solvent separation in the chemical and food industries
- antigraffiti coatings
- flocculants for the paper industry, water purification and wastewater treatment
- viscosity regulators and dispersion stabilizers for the cosmetics, food, dye, construction material, and chemical industries
- bacterial cellulose

Process development

- new synthesis routes for polysaccharide ethers and esters
- process for the production of mixed cellulose derivatives
- synthesis of cellulose carbamate
- synthesis of cellulose sulfates
- optimization of homogeneous and heterogeneous syntheses
- upscaling 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 microencapsulation
- crosslinked starches
- tableting aid, microencapsulation for the pharmaceutical industry
- starch derivatives for film production
- starch ester for injection molding

Process development

- enzymatic modification processes for the preparation of special products
- combination of enzymatic and chemical process steps
- process for production of bi-substituted 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 for cellulose pulps

Carbamate technology

- synthesis of cellulose carbamate
- filament yarns and staple fibers
- spunlaid nonwovens
- hollow fibers, tubes, films
- high-tenacity fibers and nonwovens from LC system CC-NMMO-water
- highly porous aerogel-like materials (density about 0.05 g/cm³)

Lyocell technology

- blown films for sausage 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)
- biocomposites
- nanocomposites with polysaccharide based matrix

Cellulose reinforcing fibers

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

Feedstock analysis, material characterization and testing

- characterization of native and modified biopolymers like cellulose, starch, heteropolysaccharides, chitosan, lignin
- 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

Viskose – Substituentenverteilung am Anhydroglucose-Ring

Das vor mehr als 100 Jahren eingeführte Viskoseverfahren ist mit einem jährlichen Produktionsvolumen von über 2 Millionen Tonnen, trotz bekannter Umweltprobleme, nach wie vor dominierend bei der Herstellung von cellulosischen Fasern und Filamenten. Dabei wird Cellulosexanthogenat, Zwischenprodukt bei der Herstellung der Viskosefasern, durch Umsetzung von Alkalicellulose mit Schwefelkohlenstoff gebildet und in verdünnter Natronlauge unter Bildung der sog. Viskose gelöst. Die Stabilität des Viskoseprozesses und die Faserkennwerte werden durch die Qualität der Viskose signifikant bestimmt. Diese wiederum wird beeinflusst durch die Verteilung der Xanthogenatgruppen am Anhydroglucose-Ring und ändert sich während des Reifeprozesses. Die Änderung der partiellen Verteilung der Xanthogenatgruppen während des Reifeprozesses ist ein in den vergangenen Jahren kontrovers diskutiertes und bis heute nicht abgeschlossenes Problem.

Fig. 2 zeigt das Spektrum von N,N-Diethylacetamido-Cellulosexanthogenat (DAX) und als Referenz das Spektrum von unmodifizierter Cellulose. Aus den Flächen der entsprechenden C-is-Linien ($i = 2, 3, 6$) ergeben sich die partiellen Substitutionsgrade DS_i . Die Interpretation des ^{13}C -NMR-Spektrums im Bereich der Anhydroglucoseeinheit-Signale und die damit zusammenhängende quantitative Bestimmung der partiellen Substitutionsgrade DS_i erfolgt für Cellulosexanthogenat-Benzylester analog zu DAX. Die Cellulosexanthogenat-Benzylester zeigen jedoch im Vergleich zu DAX eine bessere Löslichkeit in DMSO, was zu einer besseren Auflösung des Spektrums führt. Dieses eröffnet die Möglichkeit der Analyse der in der Praxis üblichen niedrig substituierten Viskosen ($DS_{0,5}$).

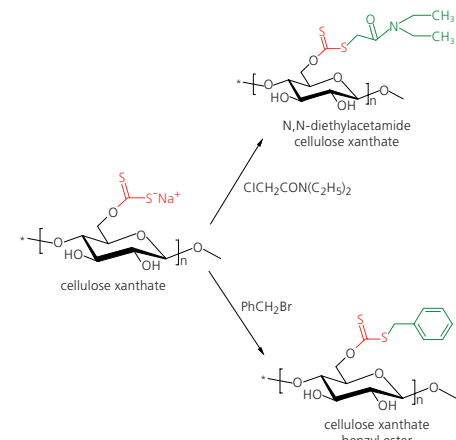


Fig. 1: Derivatization of cellulose xanthate.

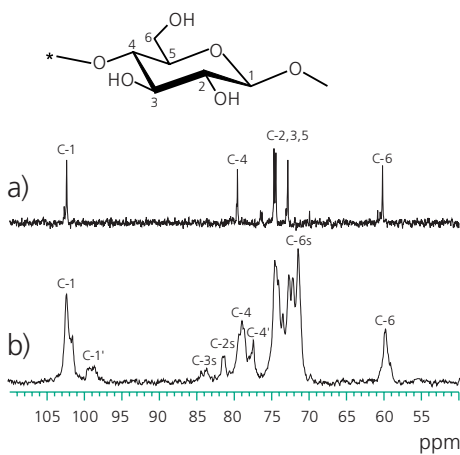


Fig. 2: ^{13}C -NMR spectrum of a) cellulose
 b) N,N-diethylacetamide cellulose xanthate.

^{13}C -NMR-Untersuchungen an Viskose

^{13}C -NMR-Spektroskopie spielt eine bedeutende Rolle bei der Bestimmung von Substitutionsgraden und Substituentenverteilung. Eine Schwierigkeit bei der direkten Untersuchung von Viskose stellt die Instabilität des Cellulosexanthogenats dar, was sich auch im abnehmenden Substitutionsgrad während des Reifeprozesses widerspiegelt. Aus diesem Grund hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die Xanthogenatgruppe für nachfolgende Untersuchungen zu stabilisieren. N,N-Diethyl-Chloracetamid und Benzylbromid wurden als Stabilisierungs-reagenzien eingesetzt [1, 2]. Die Reaktionsgleichungen für diese Umsetzungen sind in Fig. 1 dargestellt. Nach Auflösen der stabilisierten Viskose in DMSO-d_6 wurde das ^{13}C -NMR-Spek-

C-6 -Xanthogenierung ist bevorzugt

Mittels unserer Methode wurden die Substitutionsmuster von Cellulosexanthogenaten mit unterschiedlichen Substitutionsgraden (DS -Bereich von 0,5 bis 1,7) ermittelt. Die Ergebnisse sind in Fig. 3 zusammengestellt. Im ganzen DS -Bereich beobachtet man eine bevorzugte Substitution an C-6, wobei mit abnehmendem Gesamtsubstitutionsgrad die Bevorzugung der Substitution an C-6 im Gegensatz zu C-2 und C-3 verstärkt wird.

Mit der vorgestellten Methode sollen Veränderungen der Substituentenverteilung am Cellulosexanthogenat während der Viskosereife nachgewiesen werden und ggf. Rückschlüsse auf die Verarbeitungseigenschaften der Viskose und die Eigenschaften der resultierenden Viskosefasern gezogen werden.

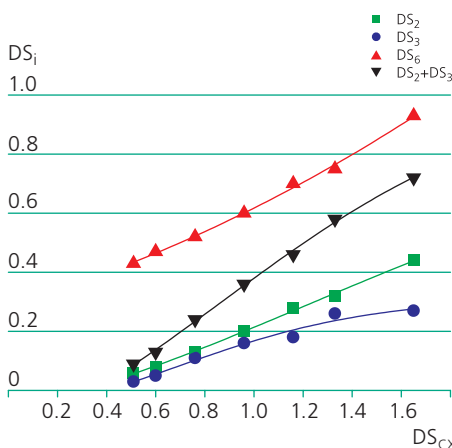


Fig. 3: Partial degree of substitution (DS_i) versus total degree of substitution (DS_{CX}).

Viscose – distribution of substituents on the anhydroglucose ring

With an annual production volume of more than two million tons, the viscose process is the dominant means of production for cellulosic fibers and filaments, despite the well-known environmental problems that are associated with the over 100-year-old method. In the course of the viscose fiber manufacturing process, the intermediate product cellulose xanthate forms when alkaline cellulose reacts with carbon disulphide. The xanthate is then dissolved in diluted NaOH, which forms the viscose. The stability of the viscose process and the resulting fiber properties are significantly influenced by viscose quality, which depends on the distribution of xanthate groups on the anhydroglucose ring and changes as the viscose ripens. Changes in the partial distribution of xanthate groups during the ripening process have been the subject of heated debate in the past, and the discussion continues today.

¹³C-NMR investigations of viscose

¹³C-NMR plays an important role in determining the degree of substitution and the distribution of substituents. The instability of cellulose xanthate poses a problem in the direct investigation of viscose; it is reflected in the decreasing degree of substitution during the maturing process. For this reason, stabilizing xanthate groups for NMR investigations has proven beneficial. Diethyl chloroacetamide and benzyl bromide were used as reactants [1, 2]. The chemical equations for these reactions are depicted in Fig. 1. The NMR spectrum was measured for the solution of stabilized viscose in DMSO-d₆. Fig. 2 shows the spectrum of N,N-diethyl acetamide cellulose xanthate (DAX) and the spectrum of unmodified cellulose as a reference. The partial degrees of substitution DS_i were calculated based on the areas of the corre-

sponding C-is-peaks. The processes of interpreting the ¹³C-NMR spectrum in the range of anhydroglucose unit signals and quantitatively identifying the partial degree of cellulose xanthate benzyl bromide substitution were conducted in the same way as for DAX. Compared with DAX, cellulose xanthate benzyl has better solubility in DMSO, which leads to better spectrum resolution. This, in turn, makes it possible to analyze low substituted xanthates, which are common in practical processing (DS 0.5).

C-6 xanthation is preferred

Using our novel method, the substitution patterns of cellulose xanthates with different degrees of substitution were identified (DS range 0.5 to 1.7). The results are shown in Fig. 3. A preferred substitution at C-6 was observed throughout the DS range. However, at lower overall levels of substitution, C-6 substitution is higher than that of C-2 and C-3.

The method presented here aims to prove that changes occur in the distribution of cellulose xanthate substituents during the ripening process. Another aim of such NMR investigations is to draw conclusions with regard to viscose processing and the resulting fiber properties.

Kontakt Contact



Dr. Horst Ebeling
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-1810
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-2508
horst.ebeling@iap.fraunhofer.de

Dipl.-Ing. Katarzyna Dominiak
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-1826
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-2508
katarzyna.dominiak@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe
Kelheim Fibres GmbH, Glanzstoff Austria GmbH,
Enka GmbH & Co.KG, Lenzing AG

Kooperation Cooperation

TU Dresden, Institut für Holz- und
Pflanzenchemie

Literatur Literature

- [1] H.-P. Fink, R. Stahn, A. Matthes: *Reifebestimmung und Ultrafiltration von Viscose*, *Ange wandte Chemie*, 47, 602-607, (1934)
[2] J. J. Willard, E. Pacsu: *Location of Xanthate Groups in Viscose*, *Journal of the American Chemical Society*, 82, 4350-4352, (1960)

Stärkebasierte Verdickungsmittel für Kosmetik und Pharmazie

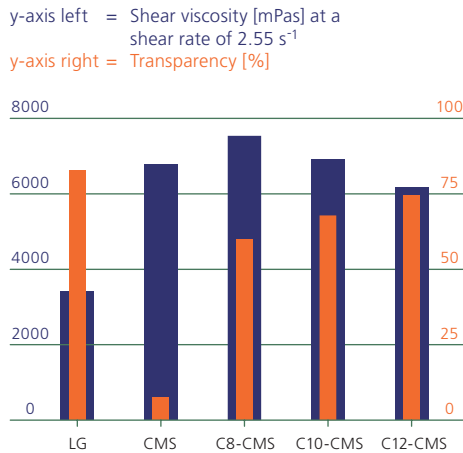


Fig. 1: Shear viscosities and transmissions of aqueous formulations containing 14 wt% lauryl glucosid (LG) and 0.5 wt% 2-hydroxyalkyl carboxymethyl starch (C_n -CMS).



Fig. 2: Convenience formulation with all ingredients thickened by 2-Hydroxyoctyl carboxymethyl starch.

Tab. 1: SD = starch derivative; CMS = Carboxymethyl starch; C8 = 2-Hydroxyoctyl; C10 = 2-Hydroxydeacyl; C12 = 2-Hydroxydodecyl.

SD	DS _{2-Hydroxyalkyl}	DS _{Carboxymethyl}
CMS	/	1.0
C8-CMS	0.7	0.9
C10-CMS	0.9	0.8
C12-CMS	0.9	0.6

Verdickungsmittel sind wichtige Hilfsmittel in der kosmetischen und pharmazeutischen Industrie, um bestimmte Viskositäten in einem Tensidsystem einzustellen. Vor allem Polyacrylate sowie PEG (Polyethylenglycol)-Derivate werden als Viskositätsregulatoren eingesetzt. Eine schlechte Bioabbaubarkeit, sowie eine zunehmende toxikologisch kritische Bewertung sind zwei gravierende Nachteile dieser Verbindungen. Stärkebasierte Verdickungsmittel weisen diese Mängel nicht auf und stellen daher eine ernste Alternative dar. Fokus unserer Untersuchungen war die Synthese und Charakterisierung von Verdickungsmitteln für Kosmetik und Pharmazie, speziell für wasserbasierende Tensidsysteme. Diese Produkte sollten ausgehend von Stärke als nachwachsendem Rohstoff synthetisiert werden.

Hydrophob modifizierte Carboxymethylstärke

Carboxymethylstärke (CMS) ist bereits als Verdickungsmittel für wässrige Systeme bekannt. Um eine bessere Wechselwirkung mit den Tensiden bei gleichzeitiger Langzeitstabilität zu erreichen, ist eine zusätzliche hydrophobe Substitution an CMS notwendig. Solche hydrophob modifizierten CMS-Moleküle zeigen einen verdickenden Effekt, z. B. für die Klasse der Alkylpolyglucoside (APG), einem schwer zu verdickenden Tensidsystem.

Für eine hydrophobe Modifizierung von CMS wurde eine Zweistufenreaktion durchgeführt. Zunächst wurde Wachsmaisstärke unter homogenen Bedingungen mit verschiedenen 1,2-Epoxyalkanen (C8-C12) nach Bien *et al.* [1] verethert. Die folgende heterogene Carboxymethylierung wurde getätigt wie beschrieben durch Volkert *et al.* [2]. Durch Variation der Äquivalente pro Anhydroglucose-Einheit

(AGE) der entsprechenden Reagenzien lassen sich verschiedenste hydroxyalkylierte Carboxymethylstärken herstellen (Tab. 1). Ziel ist es, eine Viskosität von ca. 6000 mPas bei einer möglichst hohen Transparenz der Formulierung zu erreichen.

In Fig. 1 ist der verdickende Effekt sowie die Transparenz von Formulierungen aus 14 Masseprozent Laurylglucosid (LG) als Tensid mit 0,5 Masseprozent ausgewählter hydroxyalkylierter Carboxymethylstärken im Vergleich zu CMS aufgezeigt. Es ist ersichtlich, dass mit länger werdender Alkylkette die Transparenz der Formulierung stetig zunimmt gegenüber der sehr geringen Transparenz von CMS in diesem Tensidsystem. Beim Einsatz von 2-Hydroxydodecyl-CMS in der entsprechenden Formulierung mit LG besitzt diese eine Transparenz von 75 Prozent, was leicht trüb ist.

Anionische Co-Tenside

Alkylpolyglucoside wie Laurylglucoside, besitzen einen synergistischen Effekt in Kombination mit anionischen Tensiden wie Natriumlaurethsulfat (SLES). Die Verwendung von SLES als Co-Tensid bewirkt einen Anstieg der Viskosität bis auf das 4-fache und der Transparenz um 20 Prozent. Somit entsteht eine absolut klare Formulierung. Fig. 2 zeigt eine Formulierung, in der 2-Hydroxyoctyl-CMS als Viskositätsregulator eingesetzt wurde und alle Inhaltsstoffe einer handelsüblichen Formulierung enthalten sind.

Der Einsatz von nur 0,5 Masseprozent der hydrophob modifizierten CMS in ausgewählten wässrigen Tensidsystemen erhöht deren Viskosität um bis zu 50 Prozent. Denkbar ist daher auch die Verwendung der modifizierten CMS als polymerer Emulgator in Öl/Wasser-Emulsion, z. B. medizinischen Salben.

Starch-based thickening agents for cosmetics and pharmaceutical products

Thickeners are important auxiliary materials in the cosmetic and pharmaceutical industry, as they make it possible to reach a certain viscosity in surfactant systems. Polyacrylates and PEG (polyethylene glycol) derivatives, in particular, are often used as thickeners. The disadvantages of these materials are their low biodegradability and their critical toxicological evaluations. Starch-based thickeners are a real alternative, as they do not exhibit such deficiencies. Our investigation focused on synthesizing and characterizing thickening agents for the cosmetics and pharmaceutical industry, particularly for systems containing surfactants. These thickening agents are to be derived from starch, which is a renewable raw material.

Hydrophobically modified carboxymethyl starch

Carboxymethyl starch (CMS) is already known as a thickener for aqueous systems. To improve its compatibility with surfactants and its long-term stability, an additional hydrophobic substitution of CMS is required. Such hydrophobically modified CMS molecules have shown a thickening effect on surfactant systems that are difficult to thicken, such as the surfactant system of alkyl polyglucosides (APG).

To create carboxymethyl starch with hydrophobic substituents, a two-step reaction was performed. First, waxy maize starch was etherified by different 1,2-epoxyalkanes (C8–C12) in a homogeneous reaction as described by Bien et al. [1]. The following heterogeneous carboxymethylation was carried out as described by Volkert et al. [2]. Varying the molar equivalents of each reagent per anhydro glucose unit (AGU) enables the creation of 2-hydroxyalkyl carboxymethyl starches; each substituent has different degrees of substitution (Tab. 1). The aim was to reach a shear

viscosity of about 6,000 mPas with maximum formulation transparency.

Fig. 1 demonstrates the thickening effect and transparency of selected 2-hydroxyalkyl carboxymethyl starches of each alkyl chain length in lauryl glucoside (LG) formulations compared with unmodified carboxymethyl starch. For the formulations shown, 0.5 weight percent of the modified starch and 14 weight percent of LG were used. Compared with the rather low transparency of pure CMS, CMS formulation transparency increases as the alkyl chain grows longer. By using 2-hydroxydodecyl CMS in the LG formulation, transparency is 75 percent, which is still slightly turbid.

Anionic co-surfactants

Like LG, Alkyl polyglucosides show a synergistic effect in combination with anionic surfactants such as sodium laureth sulfate (SLES). Using the latter as a co-surfactant, both viscosity and transparency show a remarkable 20 percent increase. Fig. 2 shows an example of a formulation thickened by 2-hydroxyoctyl CMS, which includes all the ingredients of a commercially available product.

The addition of only 0.5 weight percent of hydrophobically modified CMS to selective aqueous surfactant systems increases their viscosity by up to 50 percent. Hence, in principle, the application of modified CMS as a polymeric emulsifier in oil/water emulsions such as medical ointments is possible.

Kontakt Contact



Dipl.-Chem. André Lehmann
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-15 10
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
andre.lehmann@iap.fraunhofer.de

Dr. Bert Volkert
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-15 16
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 16
bert.volkert@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe im Auftrag des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV)

Kooperation Cooperation

Institute Dr. Schrader, Holzminden

Literatur Literature

- [1] F. Bien, B. Wiege, S. Warwel: *Hydrophobic modification of starch by alkali-catalyzed addition of 1,2- epoxyalkanes*, Starch/Stärke, 53, 305–310, (2001)
[2] B. Volkert, F. Loth, W. Lazik, J. Engelhardt: *Highly substituted carboxymethyl starch*, Starch/Stärke, 56, 307–314, (2004)

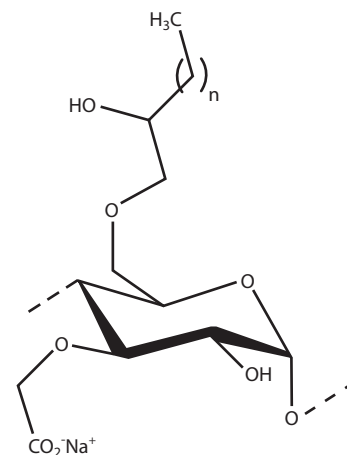


Fig. 3: Monomer unit of 2-hydroxyalkyl carboxymethyl starch. (n = 5, 7, 9; schematic structure).

Biokomposite aus Polymilchsäure und cellulosischen Spinnfasern

y-axis left = Tensile strength [MPa]
 y-axis right = Bending stress [MPa]

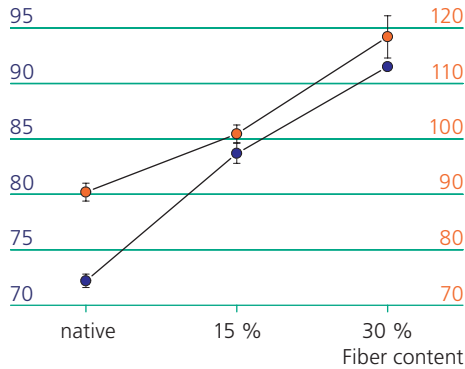


Fig. 1: Tensile and bending strength of rayon reinforced polyactic acid vs. fiber content.

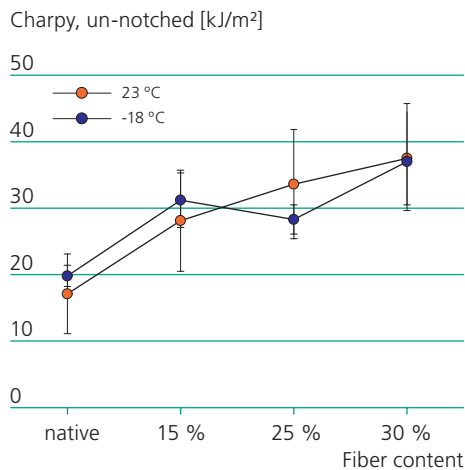


Fig. 2: Un-notched Charpy impact strength of rayon reinforced polyactic acid vs. fiber content.

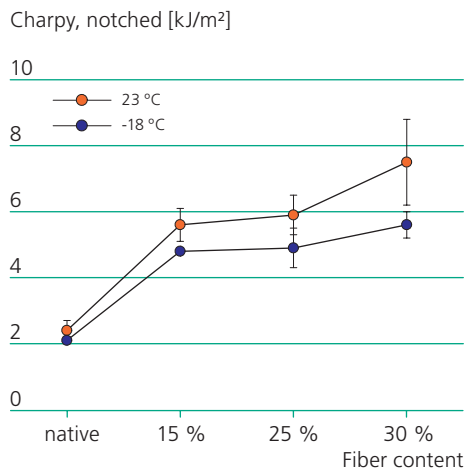


Fig. 3: Notched Charpy impact strength of rayon reinforced polyactic acid vs. fiber content.

Beim Spritzgießen und Extrudieren von faserverstärktem Polypropylen (PP) stellen cellulosische Spinnfasern (Rayon Reifencordgarn) eine echte Alternative zu Kurzglasfasern dar. Das mechanische Eigenschaftsprofil (z. B. Schlagzähigkeit, Zugfestigkeit) von Cellulosefaser verstärktem PP entspricht dem von Kurzglasfaser verstärktem [1, 2]. Vorteile gegenüber Kurzglasfasern bieten Rayonfasern bezüglich ihrer geringeren Dichte und Abrasivität. Zudem entfällt das lästige Pieksten (Glasfasern), was die Handhabung erheblich erleichtert.

Durch Kombination der Rayonfasern mit dem Biopolymer Polymilchsäure (Polylactic acid, PLA) entsteht ein Material, das komplett biobasiert und bioabbaubar ist. Einer der wesentlichen Nachteile des PLA ist allerdings seine geringe Schlagzähigkeit. Rayonfasern im Komposit besitzen die Eigenschaft, die Schlagzähigkeit eines Materials maßgeblich zu steigern – sie wirken als Schlagzähmodifikatoren. Es stellt sich daher die Frage, ob mit der Materialkombination PLA-Rayon die Schlagzähigkeit gegenüber reinem PLA erhöht werden kann.

Für die im IAP durchgeführten Compoundier- und Verarbeitungsversuche wurden ein PLA des Typs 7000D (bottle grade) der Firma Natureworks und die Rayonfaser RT700 der Firma Cordenka eingesetzt. Nach einem im IAP entwickelten Doppel-Pultrusionsverfahren wurden Compounds mit Fasergehalten von 15, 25 und 30 Masseprozent hergestellt. Das produzierte Granulatmaterial ließ sich im Spritzgussverfahren zu Normprüfkörpern verarbeiten. Es wurden Zug- und Biegeversuche im klimatisierten Prüflabor (23 °C und 50 Prozent relative Luftfeuchte) durchgeführt. Weiterhin wurde die Schlagzähigkeit durch Schlagbiege- und Kerbschlagbiegeversuche nach Charpy bei Raumtemperatur und bei -18 °C

ermittelt, sowie die Wärmeformbeständigkeit (HDT-A) betrachtet.

Ein Vergleich der ermittelten Zugfestigkeiten zeigt, dass mit zunehmendem Fasergehalt die Zugfestigkeit auf 92 MPa (Fig. 1, linke Achse) und die Biegespannung bei 3,5 Prozent Randfaserdehnung auf 118 MPa (Fig. 1, rechte Achse) ansteigen. Auch Zugmoduli steigen von 2,8 GPa des unverstärkten Materials auf 4,7 GPa für Proben mit 30 Prozent Fasergehalt, während Biegemoduli von 3,2 GPa auf 5,2 GPa wachsen.

Die Ergebnisse der ungekerbten Schlagbiegeversuche zeigen, dass durch die Faserverstärkung die Schlagzähigkeit mehr als verdoppelt wird (Fig. 2). Es erhöht sich der Charpywert des ungekerbten nativen Materials von 17 kJ/m² auf 38 kJ/m² beim Material mit 30 Prozent Fasergehalt. Annähernd gleiche Verbesserungen ergeben sich bei -18 °C.

Die Ergebnisse der Versuche an gekerbten Proben veranschaulichen, dass bereits ein Fasergehalt von 15 Prozent eine Verdoppelung der Kerbschlagfestigkeit bewirkt (Fig. 3). Bei 30 Prozent Fasergehalt steigt der Raumtemperaturwert auf 7,5 kJ/m². Bei -18 °C werden 5,6 kJ/m² erreicht. Ermittelte Wärmeformbeständigkeiten zeigen, dass die Faserverstärkung zu einer Erhöhung der HDT-A um ca. 8 °C führt und nahezu unabhängig vom Faserteil ist.

Demnach bewirkt die Einarbeitung cellulosischer Spinnfasern auch bei einer PLA-Matrix eine Erhöhung der Schlagzähigkeit gegenüber der reinen Matrix. Verglichen mit herkömmlichen Schlagzähmodifikatoren, bewirken Rayonfasern höhere Festigkeiten und Steifigkeiten, wobei Biobasiertheit und Bioabbaubarkeit erhalten bleiben.

Biocomposites from polylactic acid and cellulosic man-made fibers

With respect to injection molding and the extrusion of fiber reinforced polypropylene (PP), cellulosic man-made fibers (rayon tire cord yarn) are a serious alternative to short glass fibers. The mechanical property profile (e.g. impact strength, tensile strength) of PP reinforced with cellulosic fibers is comparable to that reinforced with short glass fibers [1, 2]. Rayon fibers have advantages over short glass fibers in terms of their low density and abrasiveness. Furthermore, they do not prick the skin like glass fibers, which makes handling them much easier.

When rayon fibers are combined with biopolymer polylactic acid (PLA), a completely bio-based and biodegradable material is formed. One of the crucial disadvantages of PLA is its low impact strength. In composites, rayon fibers can increase impact strength significantly, as they act as impact modifiers. Hence, the question arises of whether cellulosic rayon fibers are also able to improve impact properties in combination with PLA.

For the present compounding and processing trials at the IAP, Natureworks 7000D bottle grade PLA was used with Cordenka rayon RT700 (Cordenka GmbH, Germany). A double pultrusion method developed at IAP was used to produce composites with fiber loads of 15, 25 and 30 mass percent. The compound was injection molded into standard test specimens. Tensile and bending experiments were performed at 23 °C and 50 percent relative humidity. Charpy impact strength was determined at room temperature and at -18 °C. Heat stability was also tested taking the heat distortion temperature (HDT-A) into account.

Fig. 1 shows that as fiber content increases, tensile strength and bending stress rise steadily. Tensile strength for the pristine PLA rises from 72 MPa to

92 MPa (left axis), and bending stress increases from 88 MPa to 118 MPa (right axis) at 3.5 percent outer fiber strain. Moduli are increased from 2.8 GPa to 4.7 GPa in tension and 30 weight percent fiber load, while the corresponding values for bending are 3.2 GPa and 5.2 GPa, respectively. Even better results are obtained for the impact properties.

The results of un-notched impact experiments (Fig. 2) show that the Charpy value more than doubles from 17 kJ/m² to 38 kJ/m² at 30 percent fiber load. Similar improvements are found at -18 °C.

For notched Charpy testing, values already double at 15 weight percent fiber load (Fig. 3). At 30 percent, room temperatures of 7.5 kJ/m² are reached; at -18°C, a value of 5.6 kJ/m² is obtained. Heat distortion temperatures demonstrate that fiber reinforcement leads to an increase in HDT-A of approximately 8 °C, almost independent of fiber content.

In conclusion, the incorporation of cellulosic rayon fibers into a PLA matrix leads to an increase of the impact properties compared to the pure matrix. In contrast to conventional impact modifiers, rayon fibers cause higher strengths and stiffness while the non-fossil origin and bio-degradability are preserved.

Kontakt Contact



Dr. Rainer Rihm
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-18 11
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
rainer.rihm@iap.fraunhofer.de

Dr. Johannes Ganster
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-17 06
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Literatur Literature

- [1] J. Ganster, H.-P. Fink, M. Pinnow: *High-tensacity man-made cellulose fibre reinforced thermoplastics – Injection moulding compounds with polypropylene and alternative matrices*, Composites A 37, 1796–1804, (2006)
- [2] J. Ganster, H.-P. Fink: *Novel cellulose fibre reinforced thermoplastic materials*, Cellulose 13, 271–280, (2006)

Thermoplastische Stärkederivate und ihre Komposite mit nanoskaligen Schichtsilikaten

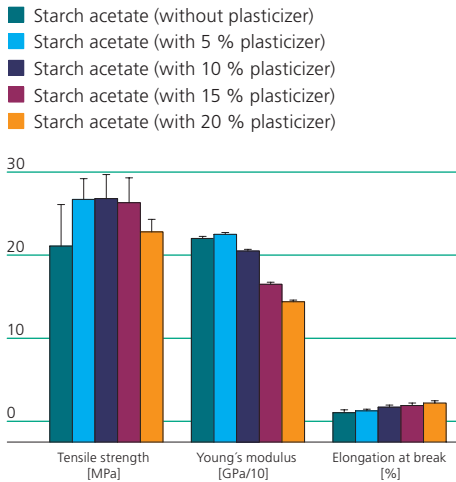


Fig. 1: Tensile properties of starch acetate with different plastisizer content.

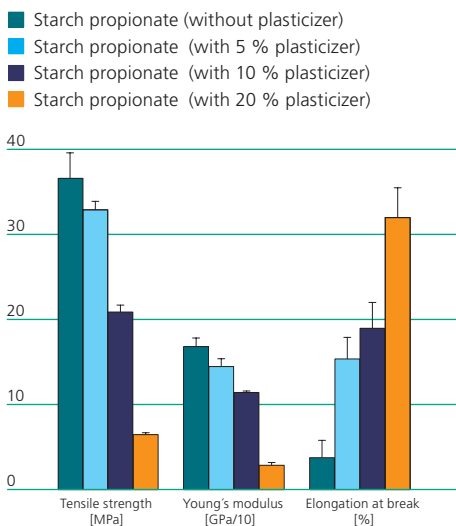


Fig. 2: Tensile properties of starch propionate with different plastisizer content.

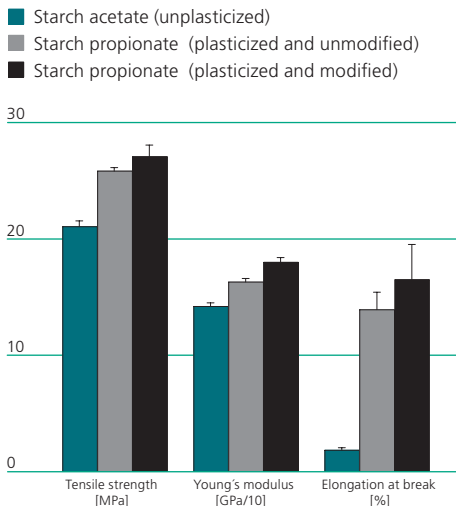


Fig. 3: Effect of nano-phyllsilicate on tensile properties of starch acetate.

Stärke ist einer der preiswertesten und am häufigsten vorkommenden nachwachsenden Rohstoffe. Aufgrund ihrer polymeren Struktur hat sie nicht nur im Nahrungsmittelbereich, sondern auch in der Polymer verarbeitenden Industrie Einsatzpotenziale. In kommerziell verfügbaren Produkten (z. B. von Novamont, IT) werden bestehende, für Stärkematerialien typische Nachteile wie Sprödigkeit, Feuchteempfindlichkeit und Verklebungstendenz durch patentierte Weichmacher, Additive und Co-Komponenten ausgeglichen. Eine alternative Methode zur Verbesserung der Materialeigenschaften von Stärkeprodukten ist die chemische Modifizierung der Stärke – die Derivatisierung der Hydroxylgruppen. Der Zusatz von nanoskaligen Schichtsilikaten kann diesen Effekt unterstützen.

Derivatisierung von Stärke

Im Rahmen eines von der Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe geförderten Projekts, in dem neue Materialien aus modifizierten Polysacchariden entwickelt werden sollen, wurden hochamylose Stärke sowie Kartoffel-, Weizen-, Mais- und Wachsmaisstärke mit Essig- und Propionsäure verestert. Es wurde untersucht, welchen Effekt der Zusatz eines handelsüblichen Weichmachers und/oder von kommerziell verfügbaren nanoskaligen Schichtsilikaten (Laviosa S.p.A., Italien, unmodifiziert und organisch modifiziert) auf die mechanischen Materialeigenschaften bei verschiedenen Klimata haben.

In den vorgestellten Versuchen wurden durch Derivatisierung hochamyloser Stärke Stärkeacetate (SA) und –propionate (SP) mit Substitutionsgraden um 2,5 erhalten [1]. Im 30 Gramm-Maßstab wurde ein Weichmacher (Plastifizieren) und, je nach Versuch, bis zu 5 Masseprozent Schichtsilikate zugegeben. Die Extrusion erfolgte auf einem

Mini-Doppelschneckenextruder (Haake, D). Die durch Spritzgießen gewonnenen Schulterstäbe wurden im Zugversuch auf Modul, Festigkeit und Bruchdehnung bei 23 °C und 50 Prozent relativer Luftfeuchte untersucht.

Stärkeacetate (SA)

Die Ergebnisse der Zugversuche für plastifiziertes SA sind in Fig. 1 als Funktion des Weichmachergehalts dargestellt. Die Festigkeiten bewegen sich im Bereich derer von Polypropylen (PP), wobei die Moduli höher sind. Die Dehnungen (2 bis 3 Prozent) sind drastisch niedriger als die von Polyolefinen, das Material ist also spröder. Durch Zugabe von 5 Prozent Schichtsilikaten (unmodifiziert und modifiziert) kann die Dehnung deutlich auf ca. 15 Prozent gesteigert werden (Fig. 3).

Stärkepropionate (SP)

Verglichen mit SA weist SP bereits ohne Weichmacher eine geringere Sprödigkeit mit einer Dehnung von 4 Prozent auf (Fig. 2). Nach Zugabe von 5 Prozent Weichmacher findet man Festigkeiten von über 30 MPa mit Moduli von 1,5 GPa, während die Dehnungen nun 15 Prozent erreichen. Die Sprödigkeit ist also stark gesunken. Das deutet auch auf eine verbesserte Schlagzähigkeit hin.

Sowohl durch Acetylierung als auch durch Propionierung kann Stärke in ein thermoplastisches Material überführt werden, das mit und ohne Weichmacher verarbeitet werden kann. Dabei entstehen Werkstoffe, die PP-artige Eigenschaften (oder besser) aufweisen. Nanoskalige Schichtsilikate führen zu verbesserter Duktilität bei Stärkeacetaten.

Thermoplastic starch derivatives and their composites with nano-clay

Today, starch is one of the most commonly available low-cost renewable raw materials. Thanks to its polymeric structure, it not only has potential in the food industry, but also in other sectors such as the plastics industry. The typical disadvantages of thermoplastic starch materials, such as brittleness, moisture sensitivity and blocking, have largely been eliminated in commercially available products (e.g. by Novamont IT) through the addition of patented plasticizers, additives and co-components. Suitable material properties in starch products can also be achieved by chemically modifying starch through the derivatization of its hydroxyl groups. The addition of nano-composites with layered silicates (clay) can enhance this effect.

Starch derivatization

Over the course of a project funded by the Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe that aimed to develop new materials from modified polysaccharides, high amylose starches as well as potato, wheat, maize and waxy maize starch were esterified with acetic acid and propionic acid anhydride. The effect of adding a customary plasticizer and/or commercially available nano-clay (Laviosa S.p.A., Italy, unmodified and organo-modified) on mechanical material properties was determined at different climates.

In the experiments presented, starch acetate (SA) and propionate (SP) with degrees of substitution (DS) around 2.5 were formed as a result of derivatization [1]. On a 30 g scale, a plasticizer and up to 5 weight percent nano-clay were added, depending on the experiment. Extrusion was performed on a twin screw mini extruder (Haake, D). Injection molded dog bone-shaped bars were tested for modulus, strength and elongation at break at 23 °C and 50 percent relative humidity.

Starch acetate (SA)

The results of mechanical testing for plasticized SA as a function of plasticizer content are presented in Fig. 1. Strengths are at a level similar to that of polypropylene (PP), while the moduli are higher. Elongations (2 to 3 percent) are drastically lower than that of polyolefines, which shows the material's brittleness. By adding about 5 percent of nano-clay (modified and unmodified), elongation can be increased by approximately 15 percent (Fig. 3).

Starch propionate (SP)

With an elongation of 4 percent, SP shows a lower level of brittleness than SA, even without a plasticizer (Fig. 2). Once 5 percent plasticizer is added, strengths are higher than 30 MPa with moduli around 1.5 GPa, and elongation reaches 15 percent. This means that brittleness decreases significantly, which indicates an improvement of impact properties.

Starch can be transformed into a thermoplastic material through acetylation and propionation. It can be processed with and without plasticizers and has PP-like (or better) mechanical properties. Nano-clay further improves the ductility of starch acetates.

Kontakt Contact



Dipl.-Ing. Mehdi Hassan Nejad
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 52
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-3000
mehdi.hassan-nejad@iap.fraunhofer.de

Dr. Johannes Ganster
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-17 06
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-38 15
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe im Auftrag des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV), FKZ 22028705

Literatur Literature

[1] B. Volkert: *Neue Werkstoffe aus modifizierten Polysacchariden* Schriftenreihe *Nachwachsende Rohstoffe* Band 30, Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie, 10. Symposium 2007, ISBN 978-3-9803927-0-9

Kationische Stärkederivate als Additiv bei der Papierherstellung

Kationische Stärke

Kationische Stärkederivate werden bei der Papierherstellung dem Stoffauflauf neben anderen Additiven zugesetzt, um insbesondere beim Einsatz von Recyclingfasern die gewünschte Papierqualität einzustellen. Sie wirken als Retentionsmittel und erhöhen dadurch die Reißfestigkeit von Papier. Voraussetzung hierfür ist, dass das kationische Stärkeprodukt an den negativ geladenen Cellulosefasern fixiert, und somit eine möglichst vollständige Retention erreicht wird. Die Wechselwirkung zwischen den Stärkepolysacchariden und dem Faserstoff wird durch molekulare Parameter wie Molmassenverteilung, Substitutionsgrad (DS) und Verteilung der Substituenten und die Qualität des Prozesswassers beeinflusst.

Adsorption und Papierfestigkeit

Adsorptionseffekte von kationischen Stärkederivaten in einem DS-Bereich zwischen 0 und 0,13 wurden in Faserstoffsuspensionen mit abgestuften Elektrolytgehalten zwischen deionisiertem (DW) und Prozesswasser (PW) mit sehr hohem Ionengehalt gemessen. Mit zunehmendem DS nimmt der Einfluss des Elektrolytgehaltes des Wassers auf die Stärkeadsorption ab. Während bei kleinem DS unter 0,03 eine hohe Adsorption nur in ionenarmem Wasser erreicht wird, wird die Adsorption der Derivate mit DS-Werten zwischen 0,10 und 0,13 durch die Wasserqualität nicht statistisch signifikant beeinflusst (Fig. 1). Die adsorbierte Stärkemenge korreliert sehr gut mit der Reißfestigkeit von Prüfblättern, eine hohe Stärkeadsorption erzeugt hohe Papierfestigkeiten (Fig. 2).

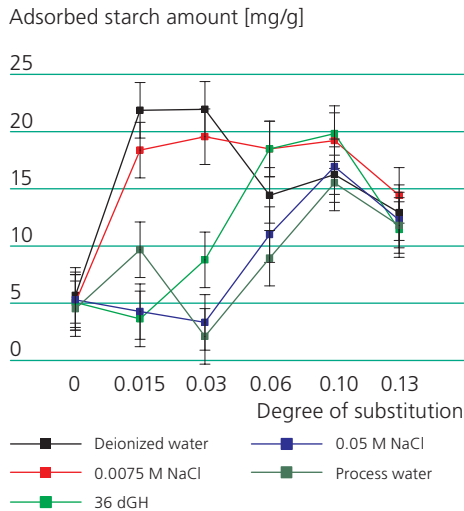


Fig. 1: Mean value diagram Stat graphics plus; combined influence of the degree of substitution (DS) of the cationic starch and process water electrolyte content on the adsorption (n = 120).

Modelluntersuchungen

Die Adsorption von Stärkederivaten an einem Modellfaserstoff wurde indirekt mit Hilfe der Größenausschlusschromatographie mit Vielwinkel-Lichtstreuung (SEC-MALLS) gemessen, indem die Konzentrationsabnahme in der Stärke/Faserstoff-Suspension infolge der Adsorption verfolgt wurde. Aus der Chromatogrammform wurden Informationen zur molekularen Zusammensetzung der adsorbierten Stärke erhalten. Die Menge adsorbierter kationischer Stärke und die resultierende Reißlänge von Papierprüfblättern wurden in Abhängigkeit vom DS-Wert und vom Elektrolytgehalt in der Stärke/Faserstoff-Suspension bestimmt. Der Einfluss der Verteilung kationischer Gruppen auf die molekulare Zusammensetzung des adsorbierten Stärkeproduktes und die resultierende Papierfestigkeit wurde geprüft.

Die bevorzugte Adsorption von Amylose oder Amylopektin wird durch die Substituentenverteilung bestimmt. Bei einem DS-Wert von 0,10 wird in DW vorwiegend die Amylose adsorbiert, gleichzeitig findet in PW keine Bevorzugung einer Stärkekomponente statt. Die höhere Ladungsdichte am Amylopektin (Fig. 3) vermindert dessen Adsorption in DW. Bei erhöhtem Ionengehalt trägt eine partielle Abschirmung der kationischen Ladungen vermutlich zu einer verstärkten Adsorption des Amylopektins bei. Signifikant höhere Reißfestigkeiten bei hohem Salzgehalt werden erzielt, wenn nachweislich Amylose und Amylopektin adsorbiert werden.

Für die Herstellung von Papieren mit hohen Festigkeiten muss die molekulare Struktur der kationischen Stärke so optimiert werden, dass unter den spezifischen Bedingungen der Papierfabrik beide Stärkefraktionen eine möglichst vollständige Retention an der Papierfaser erfahren.

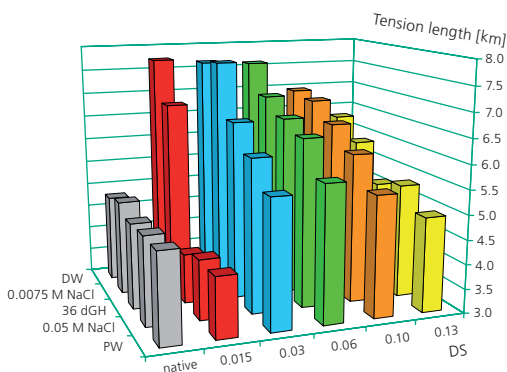


Fig. 2: Tensile strength in dependence on degree of substitution of the cationic starch and water electrolyte content in the starch-pulp-suspension, initial starch concentration 4 %. (DW = deionized water; PW = process water)

left = Specific charge [$10^{20}/g$]
 right = Average molar mass [10^6 g/mol]

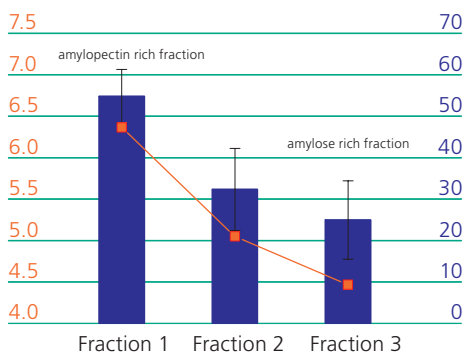


Fig. 3: Mass specific charge distribution for cationic starch with a degree of substitution of 0.1.

Cationic starch derivatives as an additive in paper production

Cationic starch

Cationic starch derivatives are among the additives applied in paper production, particularly when recycled fibers are being used. They are added to the pulp before sheet forming as part of a solution that aims to improve paper quality. They also enhance tear strength and are a highly effective means of improving physical properties of paper such as tensile strength, provided that the cationic starch product is fixed to the negatively charged pulp and retained as completely as possible. The interaction between starch polysaccharides and pulp is strongly influenced by molecular starch parameters such as molar mass distribution, degree of substitution (DS), substituent distribution and process water quality.

Model investigations

The adsorption of starch derivatives on model pulp was examined indirectly through size exclusion chromatography-multi angle laser light scattering (SEC-MALLS), which measured the degree of starch depletion resulting from adsorption in the starch-pulp suspension. Based on the chromatogram shape, information about the molecular composition of the adsorbed starch could be obtained. The adsorbed amount of cationic starch and resulting paper strength of hand sheets were determined based on the DS and electrolyte content in the starch-pulp suspension. Furthermore, the influence of cationic group distribution on the molecular composition of the adsorbed starch product and the resulting paper strength were investigated.

Adsorption and paper strength

Adsorption effects of cationic starch derivatives in a DS range between 0 and 0.13 were investigated in pulp suspensions with graded electrolyte contents ranging between deionized water (DW) and process water (PW) with very high ionic strength. With increasing DS, the impact of the electrolyte content on starch adsorption decreases. While starch derivatives with DS values below 0.03 achieve high adsorption in water with very low ionic content only, water quality does not have a statistically significant influence on the adsorption of derivatives with DS values between 0.10 and 0.13 (Fig. 1). The adsorbed amount correlates very well to hand sheet paper strength. High starch adsorption generally results in enhanced paper strength (Fig. 2).

Preferential adsorption of amylose or amylopectin is determined by substituent distribution. At DS values of 0.10, slightly more starch product is adsorbed in PW than in DW. The higher charge density on the amylopectin (Fig. 3) leads to the preferential adsorption of amylose in DW, while both amylopectin and amylose components are adsorbed at high electrolyte content. Partial screening of the cationic charges at high ionic strength leads to increased amylopectin adsorption. The adsorption of both starch polysaccharide fractions at higher electrolyte content causes significantly higher paper strength compared to DW, even at only slightly higher adsorption.

For paper production, the molecular structure of cationic starch must be optimized to ensure that the high retention of both starch polysaccharides is achieved under the specific conditions of a paper factory.

Kontakt Contact



Dr. Sylvia Radosta
Telefon: +49(0)331/5 68-1608
Fax: +49(0)331/5 68-2608
sylvia.radosta@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe im Auftrag des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV)

Kooperation Cooperation

Papiertechnische Stiftung Heidenau;
Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurth



Funktionale Polymersysteme

Functional polymer systems

Funktionalisierte Polymere – Schlüssel für neue Technologien
Functional polymers – the key to new technologies

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Neuartige Beleuchtung mit OLEDs
Novel illumination with OLEDs

Polymermaterialien für den Einsatz in organischen Feldeffekttransistoren
Polymer materials for application in organic field effect transistors

Klebstofffreies Verbinden von Kunststoffen
Adhesive-free bonding of plastics

Thermotrope Kern/Schale-Partikel für den Sonnenschutz
Thermotropic core/shell particles for sun protection

Diffraktive Messmethoden zur Charakterisierung optischer 3-D-Gitter auf Basis kolloidaler Kristalle
Diffraction optical characterization methods of 3-D gratings based on colloidal crystals

Maßgeschneiderte wasserstoffverbrückte polyphile Blockmoleküle
Tailor-made hydrogen-bonded polyphilic block molecules

*Oben: Leuchtende Polymere für organische Licht emittierende Dioden (OLEDs).
Top: Light emitting polymers for organic light-emitting diodes (OLEDs).*

*Unten: OLED-Module – Neuartige dekorative Leuchtkonzepte.
Bottom: OLED modules – novel decorative illumination concepts.*

Funktionalisierte Polymere – Schlüssel für neue Technologien

Neue Technologien

Die Basistechnologien für die Herstellung von organischen Leuchtdioden (OLEDs) sind weitestgehend bekannt. Die Herausforderungen bestehen sowohl in der geometrischen Strukturierung der OLEDs als auch in der Erhöhung der Effizienz, der Leuchtstärke und der Verlängerung der Lebensdauer in der entsprechenden Anwendung. Die Strukturierung wird über photolithographische Schritte in der Schichtenfolge oder durch eine strukturierte Abscheidung der Materialien in Kombination mit strukturierten Elektroden erreicht. Gegenwärtig werden weltweit verschiedene Druckverfahren zur Herstellung von OLEDs auf Basis von Polymeren evaluiert oder sind bereits in Pilot- und Fertigungsanlagen integriert worden. Während sich Verfahren wie der Sieb- und Gravurdruck für diese Anwendung noch im Entwicklungsstadium befinden, ist die Entwicklung im Bereich des Ink-Jet-Drucks schon weiter fortgeschritten. OLEDs können als Beleuchtung, strukturierte Leuchtflächen und in Displays eingesetzt werden. Diese sind sehr dünn, sehr leicht, energie- und kostensparend. OLEDs erlauben zudem einen größeren Blickwinkel, zeigen ein helles Bild und können gedruckt werden. Die Kombination von OLEDs mit polymerelektronischen Bauelementen könnte vollständig flexible Displays ermöglichen. OLEDs können aber auch mit anderen Funktionselementen wie Folientastaturen kombiniert werden. Diese neuen OLED-Tastaturen bestehen aus zwei übereinander liegenden Schichtebenen – einer Ebene, die das flache OLED-Element aufnimmt und einer, die die Tastaturfunktionalität realisiert. Diese neuen Anwendungen erfordern vollkommen neue technologische Schritte, zu denen die Entwicklung des Layouts der Anzeigen oder Leuchtflächen, der Aufbau der Schichtenfolge und eine effektive Verkapselung der Bauelemente gehören.

Polymere für neue Technologien

Halbleitende Polymermaterialien stellen die Basis dieser neuen Technologien dar. Weitere polymerelektronische Bauelemente sind organische Feldeffekttransistoren (OFETs) und organische Photovoltaik- (OPV-) Zellen. Poly-3-alkylthiophene, verschiedene heterocyclische konjugierte Polymere, Polyfluorene und Polyphenylvinylene sind wichtige Materialklassen, die in diesen neuen Bauelementen benötigt werden. Zur Synthese dieser Materialien werden verschiedene Polymerisationstechniken wie Polykondensation, Polyaddition, ionische und radikalische Polymerisation sowie Kohlenstoff/Kohlenstoff-Verknüpfungstechniken eingesetzt. Durch Copolymerisation von unterschiedlichen Monomerbausteinen können die resultierenden elektrischen und optischen Eigenschaften hinsichtlich Bandgap, Lage der Energieniveaus, Brechzahl, Maximum der Absorption und Photolumineszenz angepasst werden. Der Feldeffekttransistor ist ein Grundbauelement der Elektronik. OFETs werden in neuen polymerelektronischen Schaltungen eingesetzt. Das können sowohl einfache Schaltungen mit geringer Funktionalität als auch komplexe Schaltungen bis hin zum RFID-Transponder sein. Durch die Entwicklung und Umsetzung neuer Synthesekonzepte von konjugierten halbleitenden Polymeren konnten OFETs mit hohen Ladungsträgermobilitäten aufgebaut werden. Die Anwendung halbleitender konjugierter Polymere führte auch zur Entwicklung neuer organischer Solarzellen. Die Materialien und Schichtsysteme bestimmen die Effizienz dieser Zellen, das Absorptionsverhalten konnte durch die Entwicklung von Low-Bandgap-Polymeren erweitert werden. Damit konnten die organischen Solarzellen besser dem Sonnenspektrum angepasst werden. Mit Fluoreszenzfarbstoffen dotierte Fluoreszenzkollektoren erhöhen ebenfalls die Effizienz von bereits be-

kannten 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.

Thermochrome Materialien für Maschinenbau und Solartechnik

Farben spielen in unserem Alltag eine große Rolle. Erfahrungsgemäß ist die Farbe eines Materials unabhängig von dessen Temperatur. Nur wenige, sogenannte thermochrome Materialien, zeigen kontinuierliche oder sprunghafte Farbwechsel infolge von Temperaturänderungen. Diese können sowohl reversibel als auch irreversibel erfolgen und erschließen neue Anwendungen in der Solartechnik. Bei thermochromen Polymerwerkstoffen lassen sich temperaturgesteuert sowohl die Farbintensitäten schalten als auch zielgerichtet 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, Thermoplasten, Lacken einschließlich Gießharzsystemen und hochtransparenten Hydrogelen. Die Entwicklungskette umfasst die Präparation thermochromer Komposite und deren Dotierung in die Polymermatrix – unter Ausbildung separater Phasen oder neuer Strukturen – sowie bei Thermoplasten die Entwicklung einer entsprechenden Extrusionstechnologie. Die Hauptanwendungsgebiete der thermochromen Polymere sind solartechnische Anlagen und der Maschinenbau.

Optische Funktionsmaterialien für optische Bauelemente

Die Kathodenstrahlröhre wurde in den letzten Jahren durch die Entwicklung eines neuen Materials abgelöst. Es sind Flüssigkristalle, die in heutigen Fernsehgeräten zum Einsatz kommen. Das Licht kann aber durch Schichten von besonderen Flüssigkristallen auch verändert werden – zum Beispiel durch thermotrope Flüssigkristalle. Wenn diese Materialien zu anisotropen, strukturierten, ultradünnen Filmen oder Schichten verarbeitet werden, zeigen diese komplexe optische Eigenschaften. Die Arbeiten zur Synthese neuer Materialien konzentrieren sich auf thermotrope und diskotische Flüssigkristalle, glasbildende und vernetzbare Mesogene, lyotrope Systeme und Licht emittierende Flüssigkristalle. Im Mittelpunkt der Arbeiten stehen die Synthese dieser Materialien mit Hilfe effizienter mehrstufiger Synthesesequenzen sowie die Analyse der flüssigkristallinen Eigenschaften. Die Synthese soll in Zukunft in kleinen und mittelständischen Unternehmen durchgeführt werden. Die technologischen Schritte umfassen Filmpräparation mittels Spincoating (perspektivisch auch Drucktechniken), anisotrope Orientierung der Filme, permanente Fixierung der Orientierung im Glaszustand und/oder Photovernetzung.

Als optische Funktionsschichten in Flüssigkristalldisplays werden Polymermaterialien mit photosensitiven Eigenschaften benötigt. Die speziell funktionalisierten Polymere, Polymerkomposite und photovernetzbaaren Flüssigkristallmischungen lassen sich leicht verarbeiten und erlauben die Herstellung von Filmen unterschiedlicher optischer Funktionalität. Es werden Materialien entwickelt, die durch die Wechselwirkung mit polarisiertem Licht anisotrope Eigenschaften zeigen. Zur Herstellung von Oberflächenreliefgittern kommen photochrome Polymere als holographische Materialien zur

Anwendung. Neue Polymer(nano)-komposite können zur Herstellung effizienter Volumengitter genutzt werden.

Mit Hilfe anisotroper Funktionsschichten lassen sich optische Funktionselemente für flüssigkristalline Anzeigen herstellen. Dazu zählen Polarisatoren, Farbfilter, Diffuser, Retarder und Aligning-Layer. Diffraktiv-optische Elemente werden zum Lichtmanagement in LCD-Backlight-Systemen und Sensoren eingesetzt. Mit holographischen Volumengittern können neue Komponenten (Strahlteiler, Wellenleiter, Ein- bzw. Auskopplungselemente) für die Telekommunikation und in der integrierten Optik realisiert werden. Weitere Anwendungsfelder sind doppelbrechende Filmkomponenten mit lichtmodulierenden Eigenschaften sowie polarisierte Lichtemission (Linear- und Zirkularpolarisatoren, cholesterische Filme, Kompensationsfilme, Farbfilter) u. a. für optische Instrumentierung und Displays. Die Entwicklung von optischen Sicherheitsmerkmalen zur Erhöhung der Fälschungssicherheit in Dokumenten wird ebenfalls mit funktionalen Schichten und Schichtsystemen erreicht.

Materialien für Sensoren und Wandler

Polymere können in der Medizin zur Wund- und Knochenheilung verwendet werden. Dazu muss man sie elektrisch aufladen. Besonders geeignet dafür sind Polyvinylidenfluorid-, Polytetrafluorethylen und poröses Polypropylen. In diesen Materialien lassen sich elektrische Polarisierungen erzeugen oder auch Ladungen im Volumen und an den Oberflächen stabil speichern. Die elektrische Aufladung der Polymerfolie wird durch das Anlegen von hohen Spannungen an einer Spitzenelektrode erreicht, welche bei einer Coronaentladung entstehen. Die so behandelten Polymerfolien zeigen

dann starke piezo- und pyroelektrische Effekte. 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 in der Medizin können Elektrete auch als Drucksensoren und Schallwandler sowie als Filtermaterialien mit erhöhter Effizienz genutzt werden. Weiterhin werden Multielement-Wandler beliebiger Geometrien für Anwendungen in der Medizin, Luft- und Raumfahrt sowie Informationstechnik als applikationsspezifische Sensoren entwickelt.

Oberflächenfunktionalisierung und Analytik

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 sind dreidimensionale Wirtstrukturen für Proteine in der biologischen und medizinischen Diagnostik. Sie wirken als Diffusionsbarriere, sind effiziente antimikrobielle Ausrüstung oder robuster Träger weiterer Funktionen auf nahezu beliebigen Materialien. Mikrometer dicke Funktionsschichten schalten Ihre Eigenschaften unter Einfluss von Licht. Mikrostrukturierte Oberflächen können vielfältige optische und mechanische Funktionen ausüben. Die Technologieentwicklung auf diesem Gebiet wird durch eine leistungsfähige Analytik von Oberflächen und Dünnschichten unterstützt.

Functional polymers – the key to new technologies

New technologies

The basic technologies for the production of organic light-emitting diodes (OLEDs) are extensively known. Specific applications present challenges such as the geometric structuring of the OLEDs as well as increasing their efficiency and intensity and prolonging their service life. The structuring is performed by means of photolithographic steps in the series of deposits or by structured deposition of the materials in combination with structured electrodes. Various printing processes for OLED production based on polymers are currently being evaluated worldwide, and have already been integrated in pilot or industrial plants. While processes like screen and gravure printing for such applications are still under development, ink-jet printing has already reached an advanced stage of development. OLEDs can be used as illumination, in structured illuminated areas and in displays. The latter are very thin and very light, saving energy and costs. OLEDs provide a larger angle of view, show a brighter image and can be printed. By combining OLEDs with polymer-electronic components, it proved possible to build completely flexible displays. OLEDs can also be combined with other functional elements such as foil keyboards. These new OLED keyboards consist of two superimposed layers. One contains the flat OLED element, while the other ensures the functionality of the keyboard. These new applications require completely new technological steps, including developing the layout of the display or illuminated area, the architecture of the series of deposits, and the effective encapsulation of the components.

Polymers for new technologies

Semiconducting polymer materials form the basis of these new technologies. Other polymer-electronic components are field effect transistors (OFETs) and organic photovoltaic (OPV) cells. Poly-3-alkylthiophene, various heterocyclic, conjugated polymers, polyfluorenes and polyphenylene vinylene are important material classes needed in these components. A variety of polymerization techniques such as polycondensation, polyaddition, ionic and radical polymerization, and carbon/carbon linking are applied to synthesize the material. The resulting electrical and optical properties, such as optical band gap, position of the energy level, refractive index, absorption maximum and photoluminescence can be tailored as required through copolymerization of different monomer units. Field effect transistors are basic components of electronics. OFETs are applied in new polymer-based electronic circuits ranging from simple circuits with low functionality to complex circuits, and up to RFID transponders. Thanks to the successful development and realization of new synthesis concepts using conjugated, semiconducting polymers, it was possible to develop OFETs with high charge carrier mobility. The application of semiconducting polymers led to the development of new organic solar cells. The materials and layer systems determine the efficiency of these cells, and the absorption behavior was improved by developing low bandgap polymers. This made it easier to adapt organic solar cells to the solar spectrum. Fluorescence collectors doped with fluorescent dyes also increase the efficiency of established solar cells. They absorb broadband light, which – thanks to the fluorescence effect – is very efficiently converted into longer-wave radiation and is emitted at the edges of the collectors with high light amplification.

Thermochromic materials for machine construction and solar technology

Colors play an important role in our everyday life. In general, the color of a material is independent of temperature. However, a few materials, which are termed thermochromic, modify their color in response to temperature changes. These thermochromic materials, which change their optical behavior reversibly or irreversibly as a function of temperature, are needed for new applications in solar technology. These polymer materials make it possible, through temperature control, not only to change the color intensity but also to switch between pre-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. Current development work focuses 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 – thus forming separate phases or new structures – and, in the case of thermoplastics, developing suitable extrusion techniques. A crucial challenge for use in machine construction at the present time is the correlation between mechanical/tribological material parameters and thermochromic properties.

Optical functional materials for optical components

New thermotropic liquid crystals are being developed for anisotropically structured, ultra-thin 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. 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. 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.

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 holographic volume gratings, for example. 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.

Materials for 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. Ferroelectric fluoropolymers and porous polytetrafluoroethylene and polypropylene films are available as electrets. These materials are characterized by strong piezoelectricity and high charge stability. In addition to their use as pressure sensors and acoustic transducers, electrets can 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.

Functionalization of surfaces and their characterization

Modifying the surface properties of polymers opens up many new applications for polymer materials. Surface activation (= oxidation) makes it possible to print on polyethylene films (plastic bags), bond on 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 host proteins in for biological and medical diagnostics devices. They act as diffusion barriers, prevent the settlement of microbes and are robust carriers of other functions on virtually any material. 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 in this field, a wide spectrum of sophisticated techniques is available for the characterization of surfaces and thin films.

Anwendungen und Dienstleistungen

Materialien – Synthese und Verarbeitung von

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

Oberflächentechnik

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

Funktionselemente

- anisotrope Schichten
- optische Datenspeicher
- Orientierungsschichten für Flüssigkristalle
- holographisch erzeugte Oberflächenreliefgitter
- Laserstäbe für die Messtechnik
- spektrale Lichtwandler zum Nachweis von UV-Licht
- Lichtsender und -empfänger
- polymere Elektrete für Wandler und Ladungsspeicher
- Barrierschichten für flexible Displays

Weitere Beispiele

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

Bauelemente

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

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
- polymer nanocomposites

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 for the detection of UV-light
- light senders and receivers
- 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
- polymer diodes
- simple polymer electronic circuits
- piezoelectric sensors

Surface technology

- coupling of biologically active substances to polymer surfaces
- hydrophilic or hydrophobic surfaces
- adhesive-free bonding
- ultrabarrriers
- 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 pest management
- fluorescent layers for sensor technology
- characterization of chemical structure, topography and macroscopic properties
- ink-jet printing of OLEDs

Kontakt Contact



Forschungsbereichsleiter
Division director

Funktionale Polymersysteme Functional polymer systems

Dr. Armin Wedel

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 10

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10

armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Physik und Technologie von Polymeren und Bauelementen

Physics and technology of polymers and devices

Dr. Armin Wedel

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 10

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10

armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Polymere und Elektronik

Polymers and electronics

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

Surfaces

Dr. Andreas Holländer

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-14 04

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 04

andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

Polymerphotochemie

Polymer photo chemistry

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

Chromogenic polymers

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

Optical functional materials

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

Neuartige Beleuchtung mit OLEDs

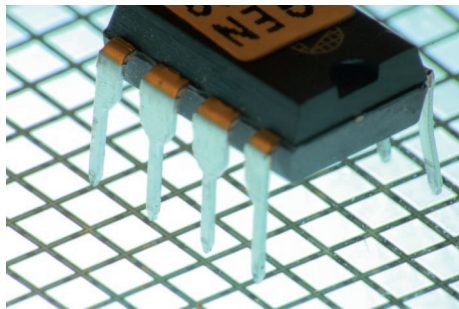


Fig. 1: Illuminated OLED module.

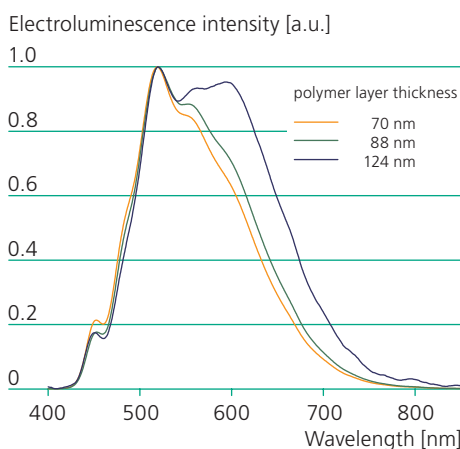


Fig. 2: Dependence of electroluminescence spectra on layer thickness.

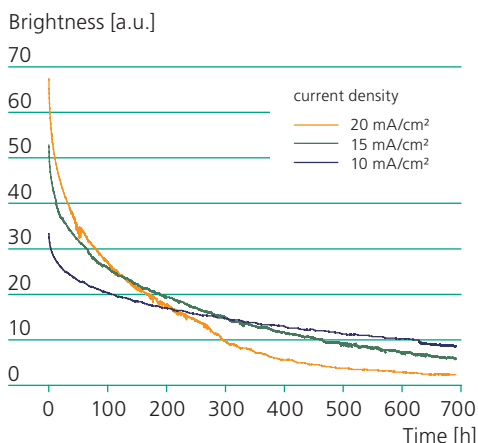


Fig. 3: Decrease of brightness with time.

Die organische Licht emittierende Diode (OLED) ist eine vollkommen neue Art einer Lichtquelle. Sie gibt das Licht flächig ab und kann zur Beleuchtung in Räumen oder Gegenständen wie Taschen oder Möbeln eingesetzt werden. Als dekoratives Gestaltungselement können diese Leuchtflächen z. B. in Deckenbeleuchtungen neue Einsatzgebiete finden. Für diese Anwendungen werden am Fraunhofer IAP neue Technologien entwickelt, die es ermöglichen, Glühlampen oder Energiesparlampen durch OLEDs abzulösen, da sie ohne Reflektoren auskommen. Zudem verbrauchen die OLEDs wenig Energie und können kostengünstig hergestellt werden. Zukünftig kann man sich sogar einen Druck von OLED-Lichtquellen vorstellen.

Die Zielstellung eines Projekts war es, kaskadierbare OLED-Module zu entwickeln, deren Flächen gleichmäßig leuchten. Ihr Zusammenschalten soll den Bau einer Leuchte mit einer Fläche von 3600 cm² ermöglichen. Künftig sollen noch größere Leuchtflächen entwickelt werden.

Leuchtstärke und Leistung

Derzeit hat ein OLED-Modul eine effektive Leuchtfläche von 55 cm² mit Helligkeiten von ca. 1000 cd/m² zwischen 6 und 7 Volt (Fig. 1). Dabei werden Leistungseffizienzen von ca. 11 cd/A erreicht. Untersuchungen der Schichtenfolge zeigen, dass die Helligkeit des Moduls sehr stark von den Dicken der Polymerschichten abhängt – dünne Schichten sind heller. Module mit dickeren Schichten sind zwar dunkler, benötigen aber weniger Energie. Hinsichtlich Leuchtstärke und Leistung des Moduls muss daher die optimale Schichtdicke ermittelt werden.

Leuchtfarbe

Die Dicke der Polymerschichten hat auch einen signifikanten Einfluss auf die Leuchtfarbe, was in Elektrolumineszenzspektren deutlich wird (Fig. 2). Das

Emissionsspektrum ist bei dünnen Schichten in den blauen Bereich verschoben, dickere Schichten zeigen einen relativ starken Anteil an orange-roter Emission. Die Ursache für dieses Verhalten liegt in der chemischen Struktur des verwendeten Polymers. Es besteht aus zwei Comonomeren, die im blauen bzw. im orange-roten Spektralbereich emittieren.

Verkapselung und Lebensdauer

Eine Voraussetzung für eine lange Lebensdauer ist die effektive Verkapselung der OLED-Module. Gegenwärtig kann diese nur mit Glas erreicht werden, wobei zusätzliche Absorber den eindringenden Sauerstoff und Wasser aufnehmen. Die Lebensdauer wurde durch Anlegen verschiedener Stromstärken über 700 Stunden bei 25 °C ermittelt. Sie hängt in starkem Maße von der Strombelastung ab (Fig. 3). Ist diese zu hoch, führt dies schnell zum Ausfall des gesamten OLED-Moduls. Der Abfall der Helligkeit ist mit einem Anstieg der Spannung verbunden.

Kostenbetrachtung

Neben einer zukünftigen Anlageninvestition bestimmt die Anschaffung von Materialien wie Substraten und Verkapselungsgläsern die Herstellungskosten zu 65 Prozent. Ein Viertel davon wird von zusätzlichen Materialien für die Verkapselung verursacht, weitere 7 Prozent von OLED-Polymermaterialien. Zudem gibt es bei der Herstellung eine Reihe von zeitintensiven Prozessen, insbesondere die Trocknung der aus Lösung aufgetragenen OLED-Materialien und die Härtung des Klebers. Diese Schritte müssen bei der Entwicklung einer zukünftigen Produktionsanlage optimiert werden. Ansatzpunkte für eine Produktivitätsverbesserung liegen auch in der Optimierung der Prozesskette.

Novel illumination with OLEDs

Organic light-emitting diodes (OLEDs) are a completely new kind of light source. They emit light in a single plane and can be applied as illumination in rooms or in objects such as bags or furniture. The illuminated areas can be used as decorative design elements, for instance in suspended ceilings. For applications of this type, the Fraunhofer IAP is developing new technologies that can replace light bulbs or energy-saving lamps because they do not need reflectors. Moreover, OLEDs use very little energy and can be cost-effectively produced. The printing of OLEDs is another future possibility.

The objective of one project was to develop cascaded OLED modules whose areas produce even illumination. Interconnecting the modules would produce a lamp with an area of 3600 cm². It is planned to develop even larger illuminated areas in future.

Brightness and power

Currently, an OLED module has an effective illuminated area of 55 cm² with a brightness of about 1000 cd/m² between 6 and 7 volts (Fig. 1). Power efficiencies of about 11 cd/A are achieved. Investigations of the series of deposits show that the module's brightness depends strongly on the thicknesses of the polymer layers – thin layers are brighter. Modules consisting of thicker layers are darker, but they consume less energy. Hence, the optimum layer thickness must be determined with respect to efficacy and power.

Luminous color

The thickness of the layer also significantly influences the luminous color, which is reflected in electroluminescence spectra (Fig. 2). For thin layers, the emission spectrum is shifted to the blue region; thicker layers emit relatively strongly in the orange-red field. The reason for this behavior is the polymer's chemical structure. It consists of two comonomers emitting in the

blue and the orange-red spectral range, respectively.

Encapsulation and life time

Effective encapsulation is the key to a long service life for OLED modules. At present this can only be achieved with glass, with additional absorbers removing the oxygen and water that penetrates the module. The service life was determined by applying various currents at 25 °C over a period of 700 hours (Fig. 3). It depends heavily on the current load; if this is too high, the whole OLED module can easily fail. The brightness decreases in direct proportion to the increase in voltage.

Cost aspects

Besides a forthcoming plant investment, the production costs are significantly determined by the cost of the material employed. This includes the cost of substrates and encapsulation glasses, which account for 65 percent of the material costs. Additional encapsulation materials amount to 25 percent, while the cost of OLED polymer materials comes to 7 percent. Production also involves a number of time-intensive processes, especially the drying of the solution from the deposited OLED materials and the curing of the adhesive. These steps must be optimized during the development of a forthcoming production plant. Another way of improving productivity is to optimize the process chain.

Kontakt Contact



Dr. Armin Wedel

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 10

Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10

armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Gefördert im Rahmen der Technologieförderung mit Mitteln des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) und des Freistaates Sachsen, Projekt: *Leuchten aus organischen licht-emittierenden Dioden*, Projekt-Nummer: 11753

Kooperation Cooperation

ALUCHROM GmbH, Wolkenstein

Polymermaterialien für den Einsatz in organischen Feldeffekttransistoren

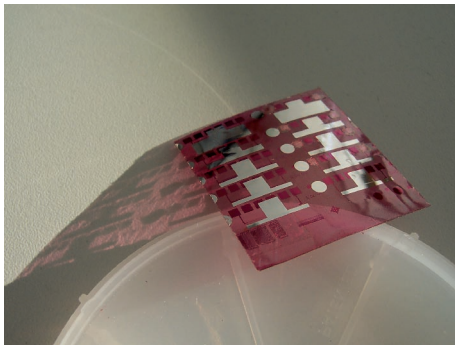


Fig. 1: "Bottom contact" and "top gate" on a PET flexible substrate.

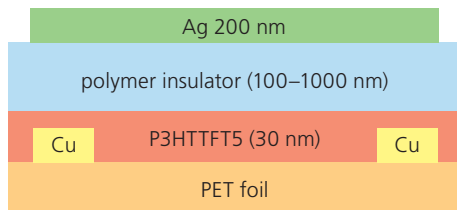


Fig. 2: Schematic configuration of an organic field effect transistor (OFET).

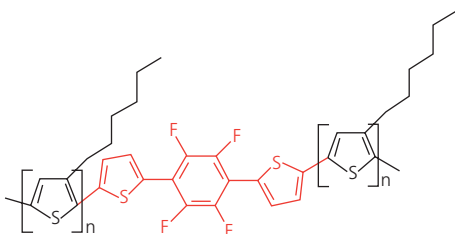


Fig. 3: Polymer structure.

In einem organischen Feldeffekttransistor (OFET) besteht mindestens die aktive Schicht aus einem organischen, niedermolekularen oder polymeren Halbleitermaterial. OFETs sind die Basiselemente einer »low cost – low performance«-Polymerelektronik. Diese entwickelt sich zu einer weiteren Technologie für flexible Systeme, indem z. B. preiswerte Druckverfahren zum Aufbringen der Schichten angewendet werden können (Fig. 1). Die geplanten polytronischen Anwendungen werden in erster Linie den Markt für extrem preiswerte Elektronik erschließen, beispielsweise als Transponder, Barcodes, flexible Chipkarten, integrierte Steuerungen für Sensoren und Aktoren zur Einmalnutzung oder die Ansteuerung organischer Aktivmatrix-Displays.

OFETs – Aufbau

Der Transistor ist das Kernstück integrierter Schaltungen, wobei ein typischer polymerer Transistor meist folgendermaßen aufgebaut ist: Auf dem flexiblen Substrat (meist PET-Folie) befindet sich die untere Kontaktebene mit zwei Kontakten pro Transistor – Source und Drain. Darauf wird der polymere Halbleiter mit Hilfe eines lösungsbasierten Verfahrens, z. B. Drucken oder Schleudern, abgeschieden. Es folgt eine Schicht des polymeren Isolators, dessen Abscheidungsprozess auch aus Lösung erfolgt. Um ein Anlösen der polymeren Halbleiterschicht zu verhindern, muss darauf geachtet werden, dass orthogonale Lösungsmittel eingesetzt werden. Als oberste Schicht wird der Gate-Kontakt aufgebracht (Fig. 2). Die Grundlage zum Aufbau dieser neuen Technologie bilden halbleitende Polymere. Diese sind aus konjugierten Polymerhauptketten aufgebaut und besitzen damit ein delokalisiertes π -Elektronensystem. Bisher werden dafür vor allem amorphe Polytriarylamine und semikristalline

Poly(3-hexylthiophene) eingesetzt. Die Polytriarylamine sind luftstabil, weisen aber in OFETs geringe Ladungsträgermobilitäten auf. Der Einsatz von Poly(3-hexylthiophenen) führt zu wesentlich höheren Ladungsträgermobilitäten, wobei hier die Performance der OFETs bei der Prozessierung an Luft durch Sauerstoffdotierung verschlechtert wird. Deshalb besteht die Herausforderung in der Materialentwicklung darin, ein halbleitendes luftstabiles, aus Lösung verarbeitbares Polymer mit hoher Ladungsträgerbeweglichkeit zu synthetisieren. Dazu wurde im IAP ein Synthesekonzept entwickelt.

Synthesekonzept

Durch das zusätzliche Einführen von Tetrafluorphenyl-Einheiten als Elektronenakzeptoren in das 3-Hexylthiophen-Rückgrat konnte eine verbesserte Luftstabilität unter gleichzeitiger Beibehaltung der guten Ladungsträgermobilität erreicht werden. Es wurden statistische Copolymere mit Elektronenakzeptor-Gehalten von 1 bis 10 Molprozent realisiert (Fig. 3). Ein Optimum zwischen Luftstabilität und Ladungsträgerbeweglichkeit wird erzielt mit dem Poly(3-hexylthiophen) mit 5 Molprozent Tetrafluorphenyl-Einheiten. Die Polymersynthese wurde vom Mikrogramm- in den Gramm-Maßstab überführt, ohne Verlust der hohen Produktqualität. In einem weiteren Schritt wurden Formulierungen für Ink-Jet-Druckverfahren auf der Basis dieser neu synthetisierten halbleitenden Polymere entwickelt. Im Rahmen eines EU-Projekts wurde bei dem Projektpartner PolyIC das Polymer zum Aufbau von gedruckten Transistoren erfolgreich eingesetzt.

Polymer materials for application in organic field effect transistors

In an organic field effect transistor (OFET), at least the active layer consists of an organic, low molecular or polymer semiconductor material. OFETs are the basic elements of low cost, low performance polymer electronics. These are being developed into another technology for flexible systems, as inexpensive print processes can be used to deposit layers (Fig. 1). The planned polytronic applications will open the market primarily for extremely inexpensive electronics such as transponders, barcodes and flexible smart cards, and integrated circuits for sensors. They will also be used as actuators for disposable displays or to trigger organic active matrix displays.

OFETs – Architecture

The transistor is at the heart of integrated circuits. A typical polymer transistor is designed as follows: The bottom contact, which includes source and drain electrodes, is located on the flexible substrate (normally PET foil). The polymer semiconductor is deposited onto the bottom contact with solution processing such as printing or spin coating. This is followed by a layer of polymer insulator precipitates, which are also deposited by solution processing. In order to prevent the polymer semiconductor layer from solubilizing, orthogonal solvents must be used. The gate contact is deposited as the top layer (Fig. 2). Semiconducting polymers are the basis of this new technology. They are built with conjugated polymer main chains and consist of delocalized π -electron systems. Until now, amorphous polytriarylamines and semicrystalline poly (3-hexylthiophenes) have been applied. While the polytriarylamines are air-stable, they possess low charge carrier mobility. Applying poly (3-hexylthiophene) leads to significantly higher charge carrier mobility, whereas OFET performance is degraded by pro-

cessing in air through oxygen doping. The challenge of developing the materials therefore lies in synthesizing an air-stable, semiconducting polymer that can be solution processed and has high charge carrier mobility. For this reason, Fraunhofer IAP developed a new synthetic concept.

Synthesis concept

Improved air stability and the simultaneous retention of good charge carrier mobility could be achieved by introducing tetrafluorophenylene units into the 3-hexylthiophene backbone as electron acceptors. Statistical copolymers are realized with acceptor contents of 1 to 10 mole percent (Fig. 3). Using poly (3-hexylthiophene) with 5 mole percent tetrafluorophenylene units, an optimum balance between air stability and carrier mobility is obtained. The synthesis was scaled up from a milligram to gram scale without compromising high product quality. In a further step, formulations for ink-jet printing processes were developed on the basis of this new synthesized semiconducting copolymer. In the framework of a European Union project, the copolymer was successfully used to set up printed transistors with project partner PolyIC.

Kontakt Contact



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

Förderung Funding

EU-Projekt POYAPPY Eu- IP, 507143, 2004–2008

Kooperation Cooperation

PolyIC GmbH;
Merck KGaA;
Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH;
Fraunhofer IZM

Literatur Literature

- [1] S. Janietz, H. Krüger, D. Sainova, A. Wedel: *Polymersystem mit definiert einstellbarer Ladungsträgerbeweglichkeit*, DE 10 2004 007 399.6, (2004)
- [2] D. Sainova, S. Janietz, U. Asawapirom, L. Romaner, E. Zojer, N. Koch, A. Vollmer: *Improving the Stability of Polymer FETs by Introducing Fixed Acceptor Units into Main Chain: Application to Poly(alkylthiophenes)*, Chem. Mat., 19, 1472–1481, (2007)

Klebstofffreies Verbinden von Kunststoffen

Verbinden von Kunststoffen

Einige Anwendungsbereiche von Kunststoffen wie z. B. die Mikrofluidik und Mikrooptik erfordern das Verbinden von Teilen unter strikter Erhaltung ihrer Geometrie. Kleberschichten stören dabei ebenso wie Deformationen durch thermische Verbindungsverfahren wie Schweißen oder Siegeln. In gewissen Grenzen schafft der Einsatz von Lösungsmittel Abhilfe. Damit werden die Oberflächen gequollen, um sie dann haftfest zu verbinden. Allerdings erlaubt auch dieses Verfahren keine völlig deformationsfreie Verbindung und, da verschiedene Polymere selten mischbar sind, eignet sich dieses Verfahren praktisch nur für gleiche Materialien.

Es wird ein Verfahren gebraucht, mit dem Kunststoffteile mit anderen Kunststoffen oder gar mit anderen Materialien ohne Beeinflussung der Geometrie verbunden werden können.

Chemie an der Grenzfläche

Werden Oberflächen von Kunststoffen mit geeigneten chemischen Funktionalgruppen versehen, ist es möglich, zwei Kunststoffbauteile durch Wechselwirkung der funktionellen Gruppen untereinander haftfest und alterungsbeständig miteinander zu verbinden. Im einfachsten Fall treten zwischen den Grenzflächen Lewis-Säure/Base-Wechselwirkungen auf. Grundlegende mechanistische Arbeiten zu dieser sogenannten Autoadhäsion wurden publiziert [1]. Da die meisten Funktionalgruppen sowohl saure als auch basische Bereiche aufweisen, können sehr viele Bindungen aufgebaut werden. Die geringe Bindungsstärke wird so durch eine große Anzahl kompensiert.

Die Haftung über die festen kovalenten Bindungen herzustellen, ist bei weitem anspruchsvoller. Die Funktionalgruppen

müssen beweglich an der Oberfläche gebunden sein, damit die Reaktionspartner sich in geeigneter Orientierung annähern können. Die technische Umsetzung dieser Prinzipien verlangt Erfahrung. Die Fraunhofer-Gesellschaft hat die Rechte an einem Patent zur Behandlung von Kunststoffoberflächen für klebstofffreies Verbinden von Kunststoffen [2].

Der Weg zum Produkt

Mit einer ganzen Reihe von Materialien konnte diese Verbindungstechnik im Labor erfolgreich realisiert werden. (Beispiel: Polymethylmethacrylat (PMMA), Fig. 1) Eine Plasmabehandlung kann die Oberflächenchemie effizient verändern und auf der Oberfläche von PMMA-Platten genügend Funktionalgruppen erzeugen, die eine gute Haftung gewährleisten. In die Platte eingeprägte Strukturen bleiben dabei erhalten. Beim Tintentest werden die Kanäle mit einer Farbstofflösung gefüllt und die Verteilung der Farbe mit einem Mikroskop beurteilt (Fig. 2). Die gleichmäßige Färbung des Kanals gibt keinen Hinweis auf eine Deformation des Verbunds und der glatte Rand beweist die gute Verbindung von Platte und Deckel.

Die Haftung wird durch Lagerung, insbesondere bei erhöhter Temperatur, verbessert. Eine Lagerung in Wasser über einige Stunden löst hingegen den Verbund, so wie es zu erwarten ist, wenn als Haftungsmechanismus Säure/Base-Wechselwirkungen angenommen werden. Für viele Anwendungen ist diese einfache Bondtechnik ausreichend. Ist eine stärkere Haftung oder größere Stabilität nötig, müssen mit aufwändigerer Oberflächenchemie Funktionalgruppen erzeugt werden, die miteinander kovalente Bindungen ausbilden können.

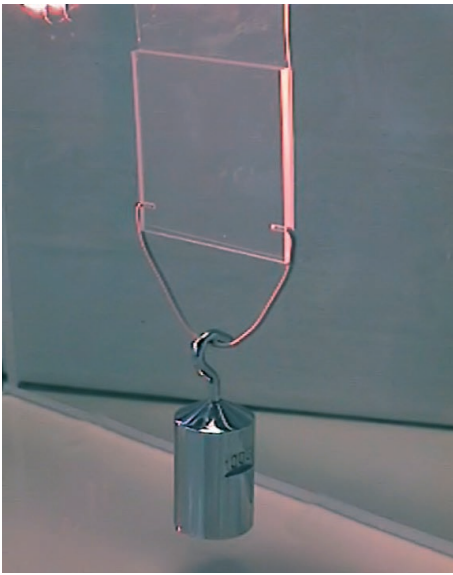


Fig. 1: Two poly(methylmethacrylate) sheets bonded at low temperature without the use of any adhesive. Surface functional groups interact to create the adhesion.

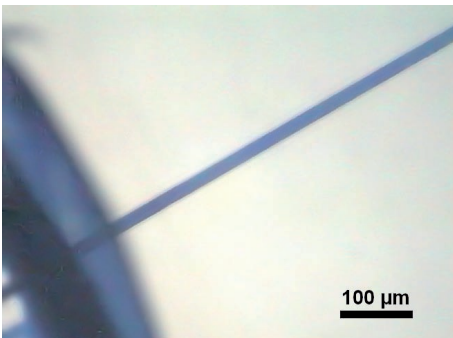


Fig. 2: Covered trench in a microfluidic structure filled with an aqueous dye solution.

Adhesive-free bonding of plastics

Bonding plastics

Some plastics application fields require joining parts without the slightest alteration in their geometry. Micrometer-thick layers of an adhesive or the deformation induced by welding or sealing would sacrifice the function of the final product. In some cases solvent-swollen surfaces can be joined with sufficient accuracy and strength. However, there are still small deformations and the technique works only when joining parts made of the same material.

An ideal technology would allow joining plastic parts with other plastics or with other materials, without altering the geometry.

Chemistry at the interface

The adhesion between two flat surfaces is based on the interaction of chemical entities on both sides of the interface. A fundamental work on the mechanisms of autoadhesion [1] reports that in the simplest case, Lewis acid-base interactions take place. Since most of the organic functional groups have acidic as well as basic domains, a very large number of such interactions can occur, giving rise to a strong bonding even though the strength of a single interaction is rather small.

Covalent bonds are much stronger. However, the formation of such bonds across an interface is much more demanding. The functional groups must be sufficiently mobile in order for the reaction partners to approach each other in the right orientation. Both types of interfacial interactions require appropriate functional groups at the surfaces. Fraunhofer holds a patent for the treatment of plastic surfaces to prepare them for adhesive-free bonding [2].

Towards the products

The adhesive-free bonding technique has been demonstrated in the lab with a number of different polymer materials (for example poly(methylmethacrylate) (PMMA) Fig. 1). A plasma treatment efficiently alters the surface chemistry of PMMA and gives rise to strong bonding between the sheets. The structures, which were embossed into one piece of PMMA remained unchanged after the covering with the second sheet. An ink test allows us to judge the quality of the bonding using a microscope (Fig. 2). An aqueous dye solution is filled into a trench. The homogeneity of the colour does not reveal any sign of a deformation. The smooth edges demonstrate good bonding between the sheets.

The adhesion becomes stronger during storage, in particular if stored at elevated temperatures. Water can destroy the bonding within hours. This drawback must be expected if we assume acid-base interaction as the bonding mechanism. However, this very simple bonding technique can meet the requirements for many applications. If stronger and more stable bonds are wanted, one has to use the more complicated way of preparing surface functional groups, which can react with each other across the interface to form covalent bonds.

Kontakt Contact



Dr. Andreas Holländer
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-14 04
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 04
andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

Literatur Literature

- [1] A. Holländer, G. Czeremuskin, J. E. Klemberg-Sapieha, M. R. Wertheimer: *The Effect of Surface Composition on the bond Strength of Corona and Low pressure Plasma Treated Polyethylene*, 11th International Symposium on Plasma Chemistry, England, Proceedings Vol. 3, 1180, (1993)
- [2] J. Behnisch, H. Blum, L. Müller, A. Holländer, U. Heim: *Verfahren zum dauerhaften Verbinden von Polymerbauteilen mit Bauteilen aus gleichartigem oder andersartigem Material*, DE 10004853, (2000)

Thermotrope Kern/Schale-Partikel für den Sonnenschutz



Fig. 1: Spray-dried sample of thermotropic core/shell particles.

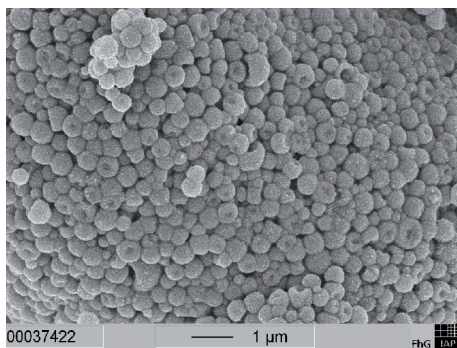


Fig. 2: SEM-micrograph of spray-dried core/shell particles.



Fig. 3: Example of a laminated glazing with thermotropic properties (underpart heated to 50 °C).

Ein wesentlicher Aspekt energieeffizienten Bauens besteht darin, die Sonnenstrahlung für den Licht- und Wärmehaushalt eines Gebäudes nutzbar zu machen. Auch deshalb finden in der modernen Architektur transparente Fassadenelemente aus Glas immer breitere Verwendung. Während im Winter möglichst viel Licht und Wärme ins Gebäudeinnere kommen soll, um damit Beleuchtungs- und Heizenergie zu sparen, kann dieser Effekt im Sommer zu einem beträchtlichen Problem werden: Ein »Überangebot« an solarer Strahlung führt zu unerwünschten Überhitzungs- und Blendeffekten, was die Behaglichkeit stark beeinträchtigt. Folgerichtig muss der Überschuss an Licht und Wärme entweder durch aufwändige Sonnenschutzvorrichtungen (z. B. Jalousien, Rollos) oder durch energie- und kostenintensive Klimaanlage abgeführt werden. Wünschenswert ist daher eine Sonnenschutzverglasung, die sich dem jahreszeitlich schwankenden Angebot an Licht und Wärme dynamisch anpasst, ohne dabei zusätzliche externe Energie zu verbrauchen. Verglasungen, die auf thermotropen Materialien basieren, bieten hierfür eine adäquate Lösung.

Thermotrope Materialien

Thermotrope Materialien für den Sonnenschutz haben ein von der Temperatur abhängiges Streuverhalten für solare Strahlung. Beim Überschreiten einer Schwellentemperatur wechseln sie reversibel von transparent nach opak (lichtstreuend). Dieser selbsttätige Schaltvorgang wird durch die Umgebungstemperatur gesteuert und erfordert somit keine Fremdenergie. Für den Einsatz in Verglasungen wird eine Schicht aus thermotropem Material z. B. zwischen zwei Glasscheiben versiegelt. Der so aufgebaute thermotrope Verbund wird bevorzugt auf der Außenseite einer Wärmeschutzverglasung

angebracht, damit während der Heizperiode bei tiefen Außentemperaturen ein Überschreiten der Schalttemperatur verhindert wird.

Technologie

Auf Grundlage der zur Herstellung von Verbundgläsern angewandten Gießharztechnik wird eine praxisrelevante Technologie für langzeitstabile thermotrope Verbundglasscheiben entwickelt. Dabei kommen thermotrope Substanzgemische zum Einsatz, die bei Temperaturerhöhung einen Phasenübergang zeigen. Im Wechselspiel mit der umgebenden Polymermatrix bewirkt dieser eine Veränderung des optischen Erscheinungsbildes: die anfänglich transparente Schicht wird stark lichtstreuend und ein Großteil der solaren Strahlung gelangt nicht mehr durch die Schicht (Rückwärtsstreuung).

Die neu entwickelte Technologie umfasst mehrere Arbeitsschritte: Zunächst wird die thermotrope Komponente über eine Heterophasen-Polymerisation verkapselt. Durch Sprühtrocknung können die resultierenden thermotropen Kern/Schale-Partikel als trockenes, rieselfähiges Pulver isoliert werden (Fig. 1). SEM-Aufnahmen einer Probe zeigen, dass sich die Partikel durch eine mehrheitlich sphärische Struktur und eine enge Größenverteilung (ca. 300 – 500 nm) auszeichnen (Fig. 2). Mit Hilfe von Standard-Dispergiergeräten lässt sich das Kapselmaterial problemlos in kommerziellen Harzformulierungen homogen verteilen. Zur Herstellung einer thermotropen Verbundglasscheibe (Fig. 3) wird das mit Kapselmaterial dotierte Harz als 1,5 – 2,0 mm dicke Schicht zwischen zwei Glasscheiben präpariert und unter UV-Licht ausgehärtet. Gegenwärtig wird eine Übertragung auf großflächige Verbunde getestet.

Thermotropic core/shell particles for sun protection

A major goal of energy-efficient construction is the use of solar radiation for the illumination and heating of a building. This is one of the main reasons why transparent façade elements are key features of modern architecture. In winter, light and heat are mostly welcome to reduce the energy demands on lighting and heating. In summer, however, uncomfortably high room temperatures and glare due to an excess of sunlight are not desirable. Therefore, excessive light has to be blocked by elaborate sun protecting devices (e.g. blinds, rolling shutters) and energy-devouring air-conditioning systems have to be in place to keep the temperatures down. What is needed is an "intelligent" sun protection glazing that controls the light and heat flux depending on the actual seasonal conditions and avoids consuming external energy. A glazing containing a thermotropic material is the proper solution.

Thermotropic materials

Thermotropic materials for sun protection exhibit a temperature-dependent light-scattering behavior. Upon exceeding a specific threshold-temperature, they change reversibly from transparent to opaque. This self-adaptive switching is controlled by the ambient temperature and does not require an external energy supply. In glazing systems, a thermotropic layer is typically enclosed between two glass panes. The resulting thermotropic laminate is usually placed on the outside of a heat insulation glazing to avoid switching during the heating season.

Technology

The goal is to develop a reliable and practical technology for thermotropic laminated glazings of long-time stability using the well-established cast resin technique. In this process, thermotropic mixtures that boast a phase transition on an increase of temperature are used. Upon interacting with the ambient polymer matrix, this phase transition causes a shifting of the optical image. The primarily transparent layer becomes opaque and a very large amount of solar radiation cannot pass through the layer. This new technology incorporates several steps. At first, the thermotropic component is encapsulated by means of a heterophase polymerization. After spray drying, the resulting thermotropic core-shell particles are isolated as a dry and free-flowing powder (Fig. 1). The particles obtained have a predominantly spherical structure and a narrow particle size distribution (approx. 300 – 500 nm, Fig. 2). Standard homogenizers can be used to disperse the powder into commercial resin formulations. Finally, the modified resin is placed between two glass panes as a film of 1.5 – 2.0 mm thickness and then cured under UV light, giving a laminated glazing with thermotropic properties (Fig. 3). Currently, transfer to large-area glazings is being tested.

Kontakt Contact



Dr. Olaf Mühling
Telefon: +49 (0) 30 / 63 92-20 34
Fax: +49 (0) 30 / 63 92-20 65
olaf.muehling@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 64
Fax: +49 (0) 30 / 63 92-20 65
ralf.ruhmann@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

4 bilaterale FuE-Kooperationsverträge;
Bundesministerium für Bildung und Forschung,
Förderkennzeichen 03X4003C;
Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie,
Förderkennzeichen 0329820E;
Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie,
Förderkennzeichen 0329820F. 8

Literatur Literature

[1] A. Seeboth, A. Klukowska, R. Ruhmann,
D. Löttsch: *Thermochromic Polymer Materials*,
Chinese Journal of Polymer Science, 25(2),
123–135, (2007)

Diffraktive Messmethoden zur Charakterisierung optischer 3-D-Gitter auf Basis kolloidaler Kristalle

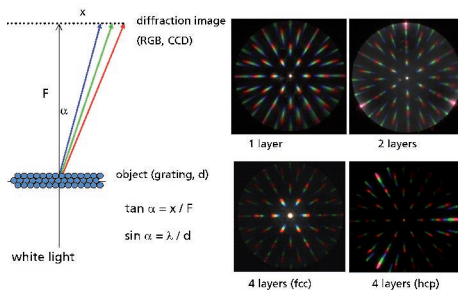


Fig. 1: Diffractive microscopy using a Bertrand lens. Basic scheme and diffraction images obtained for particle arrays formed by using 2.7 μm polystyrene spheres ($\Delta n = 0.6$).

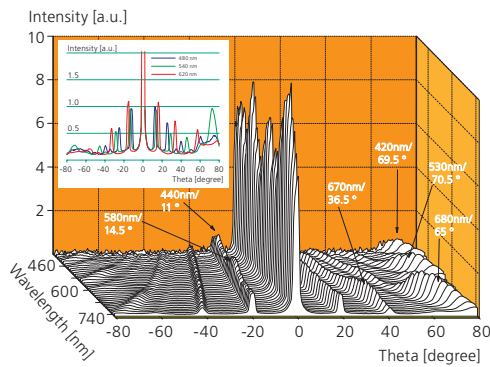


Fig. 2: Spectral goniometer setup: 3-D plot of the diffraction properties (0,1 direction) obtained for a particle bilayer ($\Delta n = 0.6$) and RGB intensity profile (insert).

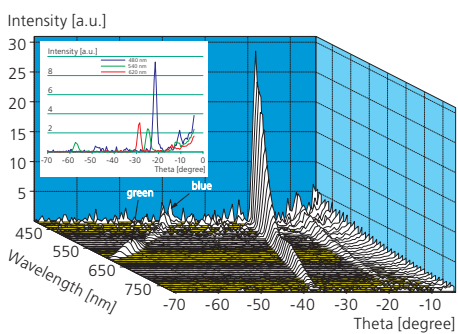


Fig. 3: Spectral goniometer setup: 3-D plot of the diffraction properties (1,1 direction) obtained for a particle array multilayer ($\Delta n = 0.03$) and RGB intensity profile (insert).

Die Selbstorganisation monodisperser Latexkugeln stellt eine einfache und kostensparende Methode dar, zwei- und dreidimensionale periodische Arrays herzustellen, deren Periodizität über den Partikeldurchmesser flexibel einstellbar ist. Diese Strukturtemple können in andere Materialien invertiert werden und z. B. mit ferroelektrischen, nichtlinearen oder photorefraktiven Materialien gefüllt als Modellsysteme für die Entwicklung neuartiger optischer Kompositmaterialien dienen. Sie stellen aber auch Modellsysteme für dreidimensionale optische Gitter dar, deren diffraktive Eigenschaften für neuartige Konzepte der optischen Sensorik und in der optischen Bildverarbeitung (schnelle Klassifizierung globaler Objektinformationen, Tiefensensorik) genutzt werden können.

Im Rahmen des BMBF-Projekts NAMIROS (Nano- und Mikro-Raumgitter für die optische Sensorik, siehe auch Seite 80) wurden am Fraunhofer IAP kolloidale Raumgitter hergestellt und deren optische Eigenschaften, besonders die Wirkung der 3. Gitterkonstante auf die diffraktiv-optische Farbverarbeitung (RGB-Transformation), untersucht. Für die Charakterisierung der Weißlichtverarbeitung beim Übergang von 2-D- zu 3-D-Strukturen im optischen Fernfeld wurden dafür geeignete Messmethoden, die diffraktive Mikroskopie (Konoskopie) und als makroskopische Methode ein Goniometermessplatz mit Spektalkamera, entwickelt. In vielen kommerziellen Polarisationsmikroskopen ist bereits eine optische Anordnung enthalten, bei der mit Hilfe einer Bertrand-Linse die in der Brennebene des Mikroskopobjektivs auftretenden Beugungserscheinungen direkt auf eine Farb-CCD-Kamera abgebildet werden. Die entstehenden Bilder zeigen die Beugungseffekte an den verschiedenen Gitterebenen eines kristallinen Objekts und, bei Verwendung von weißem Licht, die Lichtdispersion infolge Diffraktion in die Farben des optischen

Spektrums (Fig. 1). Bei Messungen in Transmission enthält das trichromatische Beugungsbild die Information der gesamten 3-D-Gitterschicht. Aus den Beugungsbildern können die RGB-Pixelwerte direkt ausgelesen werden. Nach Eichung des Mikroskop/Kamerasystems lassen sich die Gitterparameter aus den radialen Positionen der Intensitätspeaks ermitteln. Die diffraktive Mikroskopie hat den Vorteil der schnellen Datenaufnahme (simultan für drei RGB-Wellenlängen und alle Winkel), ermöglicht die Untersuchung einzelner und kleiner Kristalldomänen und der untersuchte Bereich lässt sich direkt auf die jeweilige Kristalldomäne zuordnen. Vorteile des Spektralgoniometers sind die Untersuchung der diffraktiven Eigenschaften in Transmission und Reflexion, variable einstellbare Probe- und Detektorwinkel sowie die spektrale Auflösung über den gesamten VIS-Bereich (380 – 780 nm).

Die Beugungsbilder mehrschichtiger Partikelgitter weisen eine räumliche und spektrale Umverteilung der Lichtintensitäten im Vergleich zur Monoschicht auf (Fig. 1, 2). Fcc-Kristallanordnungen zeigen vorzugsweise trigonal betonte Beugungsbilder. Eine Reduzierung des Brechzahlkontrasts, z. B. durch Füllen der Partikelzwischenräume in den 3-D-Gittern mit UV-härtbaren Polymeren, führt zu einer partiellen Farbtrennung innerhalb der Beugungsspot (Fig. 3).

Diffractive optical characterization methods of 3-D gratings based on colloidal crystals

Self-assembly of monodisperse microspheres into 2D- or 3D-ordered periodic array structures has attracted a lot of attention in the fabrication of photonic materials due to its simplicity, flexibility and low cost. These colloidal crystal templates can be inverted and infiltrated with a variety of ferroelectric, nonlinear and photorefractive materials, thus permitting the creation of new composites for optoelectronic applications. Since lattice constants can be easily adjusted by the particle diameter, the photonic properties of such 3-D arrays can be customized over the whole spectral region (UV-IR). Moreover, these structural templates are of particular interest as model systems for 3-D optical gratings, whose diffractive properties can be used in the development of new optical sensor concepts (fast recognition of objects, multiple distance detection) in optical image processing.

At the Fraunhofer IAP, colloidal 3-D gratings were fabricated and optically characterized within the framework of the BMBF project NAMIROs (see also page 81). The project focused on the investigation of the influence of the third lattice parameter (z-direction) on the optical transfer properties (RGB transformation) during white light illumination. In order to analyze the diffraction effects in the optical far field, we developed appropriate methods, the diffractive microscopy (conoscopy) and the goniometer setup, including a spectral scan camera. In general, commercial polarization microscopes are equipped with a Bertrand lens, which enables the direct imaging (color CCD camera) of the diffraction spots that appear in the focal plane of the objective. The images display the diffraction features of various planes of the crystal-line object. When white light illumination is used, a light dispersion into the optical spectrum appears (Fig. 1). In transmission mode, the trichromatic diffraction image contains the full infor-

mation of the 3-D grating. RGB pixel values can be read out directly, and grating parameters can be calculated from radial intensity maxima after calibration of the microscope/camera system. Diffractive microscopy offers fast data acquisition (for three RGB wavelengths and all angles simultaneously), the inspection of single and tiny crystal domains and a direct assignment of the crystal area to a microscopic image. Advantages of the spectral goniometer setup are the investigation of diffractive properties in transmission and reflective mode, variable tuneable sample angles and detector angles, and the spectral resolution of the full VIS range (380 – 780 nm).

Diffraction patterns of multi-layered particle gratings show a spectral and spatial redistribution of light intensity in comparison to particle monolayers (Fig. 1, 2). Fcc-crystal structures generally tend to display trigonal diffraction patterns. A partial colour separation within the diffraction spots was observed (Fig. 3) when the voids between the particles are filled with UV curable polymers in order to reduce the refractive index contrast.

Kontakt Contact



Dr. Jürgen Wagner
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 60
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 60
juergen.wagner@iap.fraunhofer.de

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

Interne Kooperation Intern cooperation
Dr. Eckhard Görnitz
(Abt. Wasserbasierende Funktionspolymere und Kolloide)
(Dep. Water-based functional polymers and colloids)
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 02
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
eckhard.goernitz@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding
Bundesministerium für Bildung und Forschung,
VDI (Optische Technologien)
FKZ: 13N9044

Kooperation Cooperation
Technische Universität Berlin, Optisches Institut;
Institut für Dünnschichttechnologie und
Mikrosensorik e.V., Teltow;
Universität Siegen, AG Festkörperphysik;
CORRSYS 3D Sensors AG, Wetzlar;
VITRONIC GmbH, Wiesbaden;
micro resist technology GmbH, Berlin;
PlasmaChem GmbH, Berlin

Maßgeschneiderte wasserstoffverbrückte polyphile Blockmoleküle

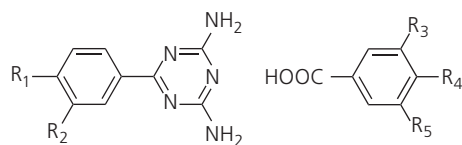


Fig. 1: Chemical structure of the investigated compounds.



Fig. 2: Optical texture for the rectangular columnar mesophase of equimolar mixed systems of the complementary components.

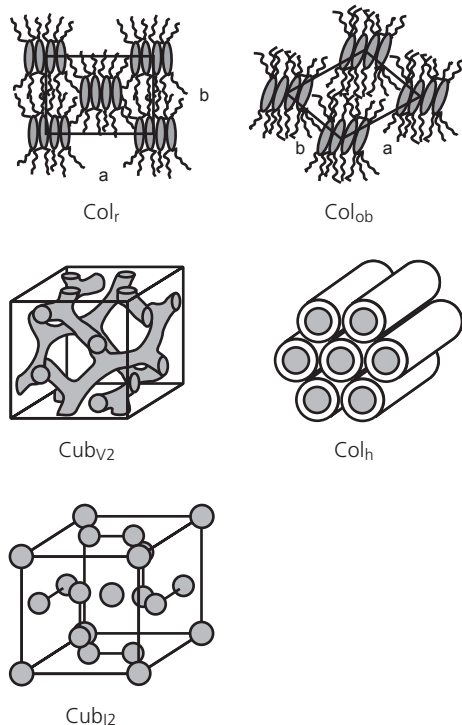


Fig. 3: Mesophase morphologies of binary mixtures of the diamino-1,3,5-triazines with the semiperfluorinated benzoic acids.

Hochorganisierte Assoziatweicher Materie wie thermotrope oder lyotrope flüssigkristalline Phasen resultieren ganz wesentlich aus der nanoskaligen Segregation inkompatibler Molekülsegmente. Dabei werden die Mesophasen-Morphologien, überwiegend durch die Volumenfraktionen separierter chemisch unterschiedlicher Molekülfragmente, starr/flexibel oder polar/unpolar, bestimmt. Der molekulare Polaritätsgradient kann durch die Einführung hochpolarer Wasserstoffbrücken zwischen komplementären Molekülspezies oder durch den, zumindest teilweisen, Ersatz lipophiler Alkylketten durch fluorierte Fragmente verstärkt werden. Allerdings sind Beispiele bezüglich der Kombination von molekularer Erkennung und fluorophobem Effekt relativ selten [1-4]. Die umfassende Kenntnis der Korrelation von molekularer Struktur und supra-molekularer Strukturbildung eröffnet die Möglichkeit zum maßgeschneiderten Design intelligenter selbstorganisierender Nanodevices.

In diesem Zusammenhang wurden am Fraunhofer IAP neuartige 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazine mit einer oder zwei semiperfluorierten Alkylketten am Phenylsubstituenten entwickelt [5]. Die thermotropen Mesophasenmorphologien binärer Mischungen mit partiell fluorierten Benzoesäuren wurden untersucht. Das Substituentenmuster beider Komponenten wurde systematisch modifiziert, um den Einfluss molekularer Parameter auf die Mesophasenstrukturen binärer Mischsysteme zu untersuchen.

Äquimolare Mischungen bilden in Abhängigkeit von Anzahl und Position semiperfluorierter Ketten der beiden Komponenten kolumnare Phasen mit rechtwinkliger ($C2mm$) oder obliquer zweidimensionaler Gittersymmetrie oder bikontinuierliche kubische (Cub_v) Phasen. Wasserstoffbrückenbindungen zwischen dem aminosubstituierten Stickstoffheterocyclus der Triazine und

den Carboxylgruppen der Benzoesäuren führen vorzugsweise zur Bildung dimerer Supermoleküle mit stäbchenförmiger Gestalt des wasserstoffverbrückten Kerns und voluminösen terminalen Fluoroalkylketten. Eine möglichst dichte Packung in der Mesophase wird durch eine parallele Ausrichtung der Supermoleküle erreicht. Der Raumbedarf der terminalen fluorierten Regionen ist größer als der der eng gepackten wasserstoffverbrückten polaren Bereiche. Daher sind die kolumnaren und möglicherweise auch die kubischen Phasen aus bandartigen Aggregaten aufgebaut, die aus dem Kollaps smektischer Schichten resultieren.

Der mit zwei exocyclischen primären Aminogruppen substituierte Stickstoffheterocyclus gestattet die Bildung von Wasserstoffbrücken mit bis zu drei Säuremolekülen. wasserstoffverbrückte Komplexe der Triazine mit zwei oder drei Äquivalenten zweikettiger semiperfluorierter Säuren bilden eine hexagonal-kolumnare (Col_h) Mesophase, die von Aggregaten mit kreisförmiger Geometrie aufgebaut wird. Der Einbau einer dritten fluorierten Kette in die Säurekomponente führt zu inversen, diskontinuierlich kubischen (Cub_v) Phasen von 1:2 und 1:3 Aggregaten mit den Triazinen.

Die Morphologien flüssigkristalliner Phasen nichtkovalent gebundener Assoziatweicher Materie resultieren aus dem Wechselspiel von Wasserstoffbrücken, nanoskaliger Segregation inkompatibler Molekülblöcke und aus der Grenzflächenkrümmung strukturierter Aggregate durch den Flächenbedarf segregierter Molekülfragmente.

Tailor-made hydrogen-bonded polyphilic block molecules

Self-assembly to well-organized states of soft matter, such as thermotropic and lyotropic liquid crystalline phases, results mainly from nanoscale segregation of incompatible molecular segments. The mesophase morphologies, lamellar, columnar or cubic, are predominantly determined by the volume fractions of separated, chemically distinct molecular fragments such as rigid/flexible or polar/non-polar. The molecular polarity gradient can be reinforced by introducing highly polar hydrogen bonding between complementary molecular species or by replacing lipophilic alkyl chains at least in part by fluorinated fragments. However, examples of the combination of molecular recognition and fluorophobic effect are less frequent [1-4]. The detailed knowledge of the correlation between molecular structure and supramolecular structure formation creates an opportunity for tailor-made construction of intelligent self-organizing nanodevices.

Fraunhofer IAP [5] developed novel 2,4-diamino-6-phenyl-1,3,5-triazines carrying either one or two semiperfluorinated alkyl tails at the phenyl substituent. The thermotropic mesophase morphologies were investigated in binary mixtures with partially fluorinated benzoic acids. The substitution pattern of both components was systematically modified in order to elucidate the influence of molecular parameters on mesophase morphologies of the binary mixed systems.

Depending on the number and positions of semiperfluorinated chains of the two complementary components, equimolar mixtures display columnar phases with rectangular ($C2mm$) or oblique two-dimensional lattice symmetry or bicontinuous cubic (Cub_V) phases. Hydrogen bonding between the amino substituted heterocycle of the triazines with the carboxylic group of the benzoic acids preferentially leads to dimeric supermolecules with a rod-

like shape of the polar H-bonded core with bulky terminal fluoroalkyl chains. A favorable dense packing within the mesophase is achieved by a parallel alignment of the supermolecules. The cross-sectional area of the terminal fluorinated regions exceeds the cross section of the closely aligned hydrogen-bonded polar regions. Therefore, the columnar and probably even the cubic phases are composed of infinite ribbon-like aggregates resulting from a break-up of smectic layers.

The nitrogen heterocycle substituted with two exocyclic primary amino groups allows for hydrogen bonding with up to three acid molecules. Hydrogen-bonded complexes of the triazines with two or three equivalents of two-chain semiperfluorinated acids exhibit a hexagonal columnar (Col_h) mesophase formed by associates with circular cross-sectional shape. Incorporation of a third fluorinated tail into the acid leads to reverse discontinuous cubic phases (Cub_r) of 1:2 and 1:3 aggregates with the triazines.

Tailoring the mesophase morphologies of non-covalently bonded associates of the complementary molecular species arises from the interplay of hydrogen bonding, nanoscale segregation of incompatible molecular blocks and controlling the interface curvature of assembled aggregates by the space requirement of molecular fragments segregated in different sub-spaces.

Kontakt Contact



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

Förderung Funding

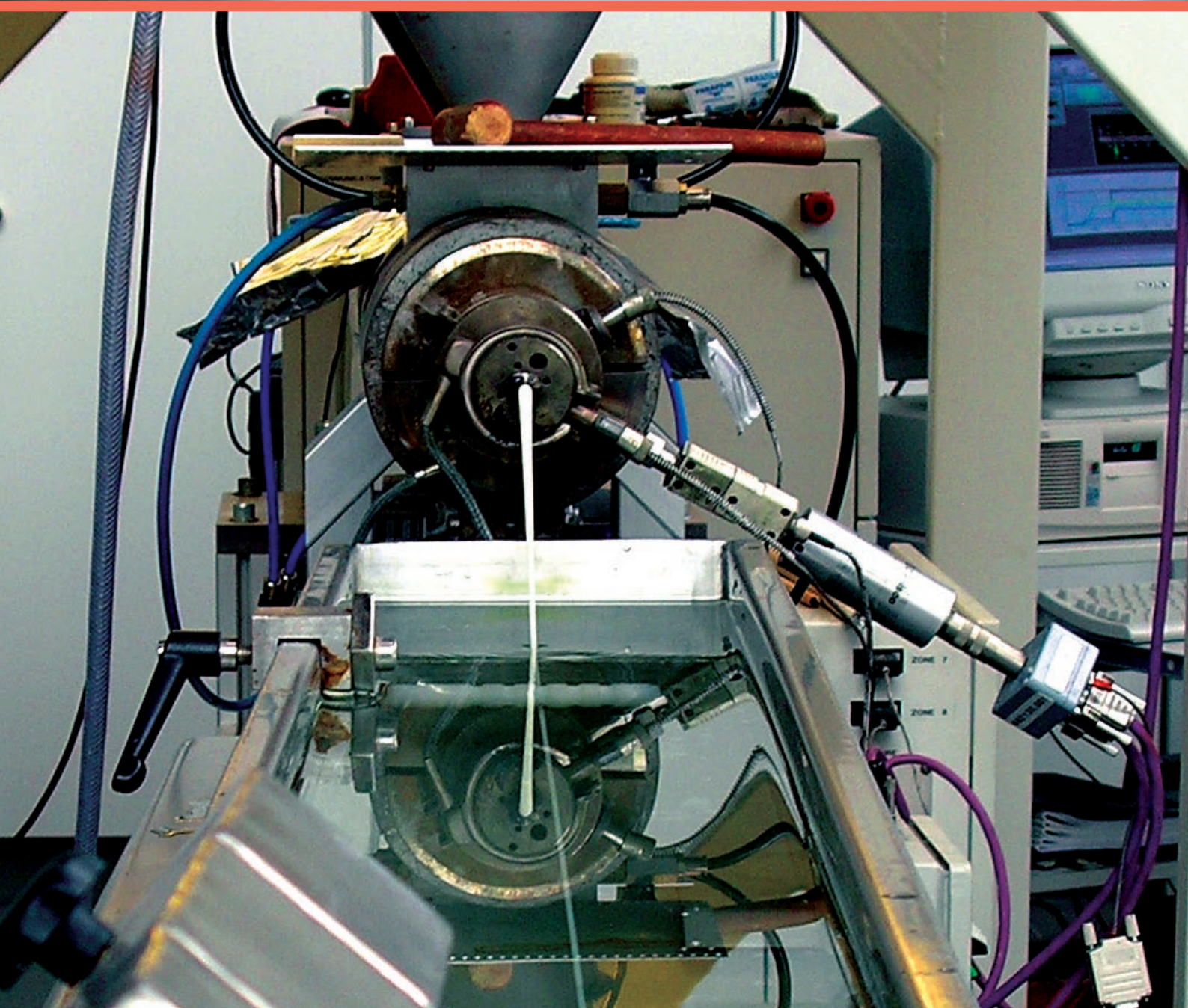
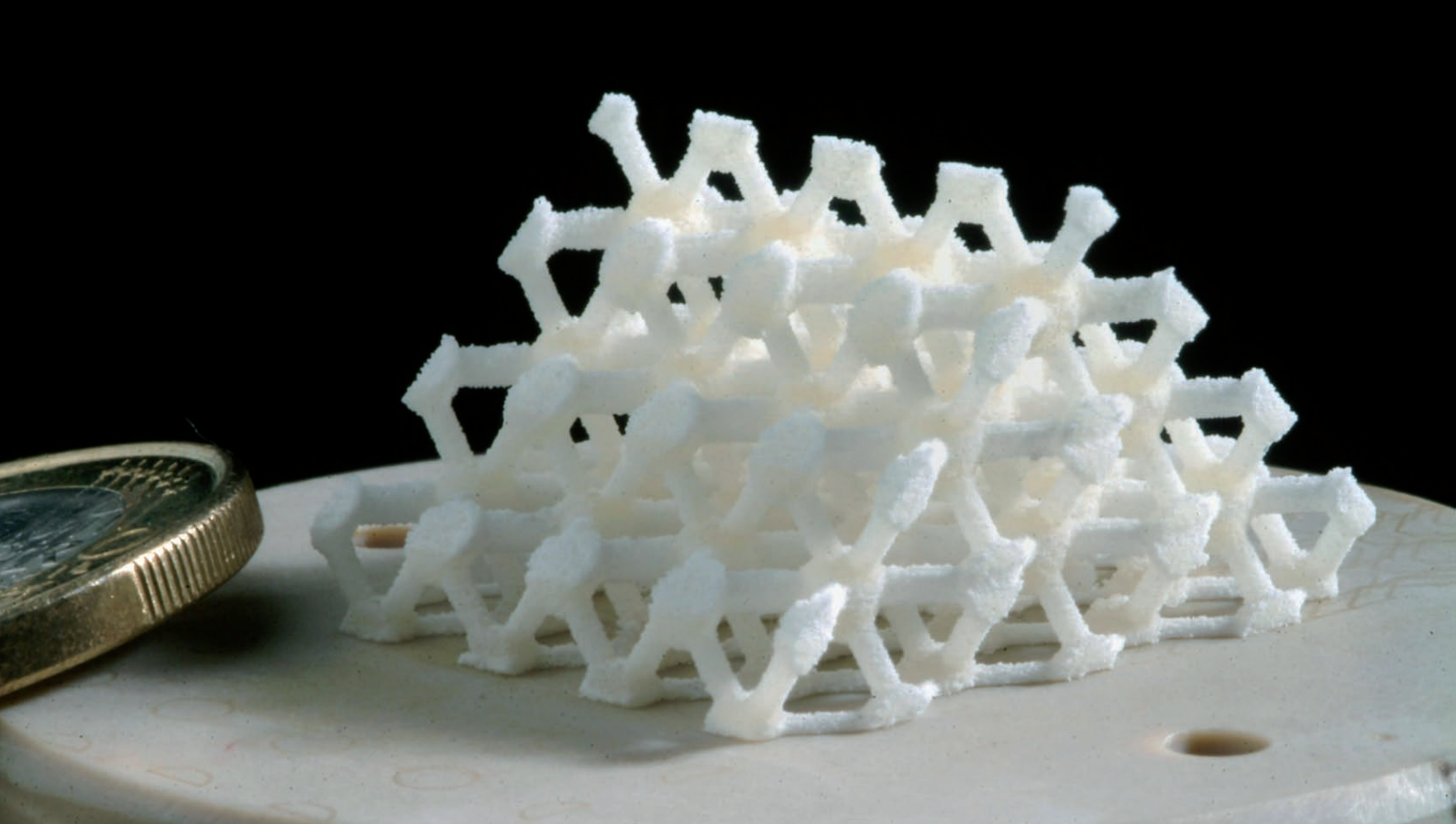
Ministerium für Wissenschaft, Forschung und Kultur des Landes Brandenburg

Kooperation Cooperation

Martin-Luther-Universität Halle, Institut für Physikalische Chemie;
 Institute of Macromolecular Chemistry, Iasi, Romania

Literatur Literature

- [1] A. Kohlmeier, D. Janietz: *Hydrogen-Bonded Polyphilic Block Mesogens with Semiperfluorinated Segments*, Chem. Mater. 18, 59, (2006)
- [2] A. Kohlmeier, D. Janietz: *Hydrogen-Bonded Block Mesogens Derived from Semiperfluorinated Benzoic Acids and the Non-Mesogenic 1,2-Bis(4-pyridyl)ethylene*, Liq. Cryst. 34, 65 (2007)
- [3] A. Kohlmeier, D. Janietz: *Mesomorphic Complexes through Hydrogen Bonding between Alkoxy-Substituted Triarylmelamines and Semiperfluorinated Benzoic Acids*, Liq. Cryst. 34, 289 (2007)
- [4] T. Vlad-Bubulak, J. Buchs, A. Kohlmeier, M. Bruma, D. Janietz: *Mesophase Morphologies of Hydrogen-Bonded Complexes of Biphenyl-Substituted Diamino-1,3,5-triazines with Semiperfluorinated Benzoic Acids*, Chem. Mater. 19, 4460 (2007)
- [5] A. Kohlmeier, D. Janietz, S. Diele: *Mesomorphic Block Molecules: Semiperfluorinated 1,3,5-Triazine Derivatives Exhibiting Lamellar, Columnar and Cubic Mesophases*, Chem. Mater. 18, 1483 (2006)



Synthese- und Polymertechnik

Synthesis and polymer technology

Nachhaltige Synthese- und Polymertechnik
Sustainable synthesis and polymer technology

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Transparente PET-Nanokomposite
Transparent PET nanocomposites

Verfahrensentwicklung bis zum Pilotmaßstab am Beispiel einer inversen Emulsionspolymerisation
Process development up to pilot scale exemplified by an inverse emulsion polymerization

*Oben: Mit dem Selective-Laser-Melting-Verfahren hergestellte Gitterstruktur aus Polylactid für mikrochirurgische Anwendung.
Top: Polylactide lattice structure produced by the selective laser melting process for micro-surgical applications.*

*Unten: Synthese von Polylactid durch Reaktivextrusion.
Bottom: Synthesis of polylactide by reactive extrusion.*

Nachhaltige Synthese- und Polymertechnik

Die mit dem Wechsel der Bereichsleitung im August 2006 begonnenen Maßnahmen zur Neustrukturierung des Forschungsbereichs Synthese- und Polymertechnik sind nunmehr abgeschlossen – das Profil des Bereichs wurde geschärft und die vorhandenen Kernkompetenzen an die fachlichen und technischen Möglichkeiten des Pilotanlagenzentrums PAZ angepasst. Durch die Integration der PAZ-Gruppe »Miniplant-Labor« in den Forschungsbereich werden nun zusätzliche Kompetenzen bei Prozessanalytik und Verfahrensentwicklung eingebracht. Die Aktivitäten auf dem Gebiet der Heterokettenpolymere werden zudem kombiniert, was neue Ansatzpunkte bei FuE eröffnet. Erstes zählbares Ergebnis ist die gemeinsam mit einem mittelständischen Unternehmen betriebene erfolgreiche Umsetzung eines Polymerisationsverfahrens in den industriellen Maßstab.

Parallel zu dieser Entwicklung sollen die gewachsenen Stärken des Forschungsbereichs weiter ausgebaut werden. Neben der Richtung Heterokettenpolymere zählt dazu vor allem die Erarbeitung applikationsorientierter Systemlösungen zur Mikroverkapselung, vorzugsweise unter Nutzung der Aminoharzchemie als polymerchemische Basis zur Herstellung gekapselter Stoffsysteme.

Nachhaltigkeit bei der Rohstoffgewinnung und Stoffwandlung

Die Verknappung der für die Herstellung von Chemieprodukten genutzten Rohstoffe Erdöl und Erdgas, verbunden mit den insbesondere im vergangenen Jahr zu verzeichnenden dramatischen Preisanstiegen für diese Rohstoffe, qualifizieren die Suche nach innovativen Ideen und effizienten Wegen zur Umstellung von fossilen Ausgangsstoff-

fen auf erneuerbare Ressourcen zu einer der größten Herausforderungen der Zukunft. Obwohl die prognostizierten Zahlen für den weltweiten Kunststoffverbrauch für die nächsten fünf Jahre für Polymermaterialien auf Basis erneuerbarer Rohstoffe nach wie vor deutlich unter einem Prozent liegen, erfahren die FuE-Aktivitäten auf diesem Gebiet einen enormen Schub. Durch chemische Grundstoffe wie Cellulose, Stärke, Zucker oder natürliche Öle und Fette, die die Natur in Form der nachwachsenden Rohstoffe zur Verfügung stellt, lassen sich über die Kombination von biochemischen mit chemischen Prozessen nachhaltiges Wirtschaften mit materialwirtschaftlichen Innovationen verbinden.

Diese als »Weiße Biotechnologie« bezeichnete FuE-Richtung ist derzeit sowohl Gegenstand strategischer Planungen der Chemieindustrie als auch mehrerer internationaler Initiativen und stellt auch innerhalb der Fraunhofer-Gesellschaft einen Schwerpunkt im Rahmen der internen Verbundforschung dar. Das IAP ist hier mit FuE-Arbeiten zur Synthese von Poly-Trimethylenterephthalat auf der Basis von biochemisch erzeugtem 1,3-Propandiol und zur Verifizierung des Eigenschaftsprofils von thermoplastischen Polyurethanen mit Polyesterdiolkomponenten aus biotechnologisch hergestellten höherkettigen α,ω -Dicarbonsäuren und 1,3-Propandiol beteiligt. Durch Derivatisierung der Polyesterdiole mit Diisocyanaten und Kettenverlängerung mit 1,3-Propandiol konnten neuartige thermoplastische Polyurethane synthetisiert werden, die nach Verstreckung sowohl hohe Zugfestigkeiten von über 60 MPa, gleichzeitig aber auch Elastizitäten bis zu 100 Prozent aufweisen. Darüber hinaus zeigen die Materialien einen ausgeprägten thermisch induzierten Memory-Effekt. Die Art der oligomeren Polyesterdiol-Komponente hinsichtlich

der C-Kettenlänge der Dicarbonsäure und die Höhe der Molekulargewichte der Oligomere, sowie der Anteil an oligomerem Diol bestimmen das Ausmaß der Verformung von Polyurethanprüfkörpern bei Temperaturerhöhung und die Formänderungstemperatur.

Die industrielle Einführung biotechnologisch erzeugter Rohstoffe für die Synthese von Kunststoffen ist am weitesten bei der Herstellung, Verarbeitung und Applikation von Poly-L-Milchsäure fortgeschritten. Mit u. a. NatureWorks PLA (USA) stehen thermoplastisch verformbare und biologisch abbaubare Kunststoffe insbesondere für den Verpackungssektor zur Verfügung. Unter applikationstechnischen Aspekten wird auch aus dem Bereich Automotiv wachsendes Interesse an solchen Materialien signalisiert. Ausgehend von Milchsäure und dem daraus gewonnenen Dilactid kann auf technologisch unterschiedliche Weise der Kunststoff Polylactid (PLA) synthetisiert werden. Die Milchsäure wird dabei durch Biokonversion stärke- oder zuckerhaltiger Agrarrohstoffe erzeugt. Eine verbesserte Beherrschung einzelner Stufen des Syntheseprozesses, sowie eine durchaus realisierbare verbesserte Variabilität in den Produkteigenschaften durch Copolymerisation, reaktives Blenden oder Compoundieren lässt für PLA-Produkte deshalb zukünftig durchaus steigende Marktentwicklungspotenziale erwarten. Die Arbeiten im Forschungsbereich reflektieren gerade auf diese Punkte. Insbesondere durch den Einsatz neuartiger hydrophober Comonomere zur statistischen und nichtstatistischen Copolymerisation soll eine breitere Vielfalt der Produkteigenschaften von PLA erreicht werden. Untersuchungen zur Polymerisierbarkeit derartiger Verbindungen ergaben bereits erste Ansatzpunkte zur Verbesserung der Materialeigenschaften.

Nanokomposite – klassische Kunststoffe mit verbesserten Materialeigenschaften

Materialinnovationen resultieren heute und auch zukünftig nicht aus neu zu kreierenden Polymerstrukturen, vielmehr erobern die klassischen Polymermaterialien zunehmend weitere Segmente der Spezialpolymere, indem das Eigenschaftsprofil dieser Kunststoffe an die entsprechenden Erfordernisse angepasst wird. Verbesserte Syntheseverfahren oder wirksamere Katalysatoren zur Polymerherstellung führen hier genauso zum Erfolg wie Polymerblendung oder die Verstärkung mit Fasern oder nanoskaligen Materialien. Gerade für die Füllung von Polymermatrices mit Nanomaterialien können, wegen des hohen Verhältnisses von Oberfläche zum Volumen von Nanopartikeln oder -fasern, signifikante Effekte schon bei Zugabe sehr geringer Konzentrationen erhalten werden. Nanokomposite finden deshalb zunehmend Einzug in Kunststoff-Applikationsfelder, wo verbesserte Barriereigenschaften, höhere Temperaturstabilitäten oder Leitfähigkeit gefordert werden. Im Forschungsbereich werden FuE-Arbeiten zu Heterokettenpolymeren (Polyethylenterephthalat, Polyamid 6,6 und höhere Polyamide) durch Untersuchungen zur Verbesserung der Materialeigenschaften solcher Kunststoffe durch Nanoverstärkung begleitet. Systematische Untersuchungen zur Darstellung von Nanokomposit-Materialien durch in-situ-Polymerisation haben gezeigt, dass sowohl bei der Synthese von verstärktem PET als auch bei PA 6,6 Materialverbesserungen erreicht werden können. Neben dem Zeitpunkt der Zugabe der Nanomaterialien spielt dabei eine effiziente Vorbereitung und Aktivierung der Nanopartikel-Dispersion eine entscheidende Rolle. Deutliche Verbesserungen der Materialeigenschaften konnten insbesondere bei

Verwendung entsprechender Masterbatches im Polykondensationsprozess erreicht werden.

Mikroverkapselung

Polymerbasierte Mikro kapseln und Matrixpartikel, hergestellt durch reaktive und nichtreaktive Kapselungsverfahren, bilden einen weiteren Schwerpunkt der FuE-Arbeiten des Forschungsbereichs. Im Mittelpunkt stehen dabei sowohl die Entwicklung angepasster Techniken und Verfahren zur Einstellung definierter Kapselgrößen oder Kapselwandeigenschaften als auch die Suche nach geeigneten bzw. die Optimierung von kommerziell verfügbaren Ausgangsmaterialien für die Kapselbildung oder eine anwendungsorientierte Systemoptimierung. Basierend auf dem exzellenten Know-how auf dem Fachgebiet konnten so im Rahmen bilateraler Forschungs- und Entwicklungsverträge mit Industriepartnern komplexe Systemlösungen für unterschiedlichste Problemstellungen erarbeitet werden. Beispielgebend dafür steht die Erarbeitung von Lösungen zur Verkapselung von Wirkstoffen gegen Haustierparasiten zur Bereitstellung eines Langzeitabgabesystems mit spezifischem Abgabeprofil. Durch Erarbeitung und Anwendung ausgefeilter Verkapselungstechnologien konnte neben dem geforderten Abgabeprofil auch der Forderung von Kapselgrößen im einstelligen Mikrometerbereich weitestgehend entsprochen werden. Zur Erweiterung der Möglichkeiten der Anwendung von Verkapselungsverfahren auf der Basis von Aminoharzen und unter Berücksichtigung zulassungsrechtlicher Beschränkungen bei der Anwendungen derartiger Systeme wurden FuE-Arbeiten mit dem Ziel initiiert, den Formaldehydgehalt in den Mikro kapseln zu reduzieren, bzw. bei

der Synthese der Aminoharze vollständig auf Formaldehyd zu verzichten. Darüber hinaus werden Verfahren zur Miniemulsionspolymerisation in das generelle Verfahrensschema integriert, um zukünftig auch Anwendungsanforderungen für zu verkapselnde Systeme im Submikrometerbereich gerecht zu werden.

Sustainable synthesis and polymer technology

The reorganization of the research division "Synthesis and Polymer Technology", which began with the change of the head of the division in August 2006, has now been completed – the division's profile was defined more sharply and the existing core competencies were adapted to the scientific and technical possibilities of the Pilot Plant Center (PAZ) in Schkopau. The integration of the PAZ Group "Mini-plant Laboratory" in the research division will contribute additional competencies to process analysis and process development. The first concrete result was the successful transfer of a hetero-phase process for the polymerization of high-molecular weight cationic polyelectrolytes to industrial scale. Further, a variety of projects demonstrated the additional competence in applied complex solutions in the field of microencapsulation. The competencies in amino resin chemistry are widely used as polymerchemical basis for the production of microcapsules.

Sustainability in producing and processing materials

The shortage of petroleum and natural gasoline as a feedstock in the synthesis of chemical products and the steep rise in the market prices connected with that shortage underlie the search for innovative ideas and efficient paths in the switch from fossil fuels to renewable resources as a challenge of the future. Less than 1 percent of overall global plastic use in the next five years will involve biopolymers from renewable resources, but R&D activities in the field are being pushed heavily. Combining biotechnological and chemical processes in the utilization of renew-

able resources such as starch, cellulose, sugar or vegetable oils and native fats can produce both sustainable economic management and material innovation. At present, this so-called "white biotechnology" is the subject of strategic planning in the industry and of various international initiatives. And the same goes for the Fraunhofer-Gesellschaft, where it is both the subject and area of research within the cooperation of research alliances along the value chain from raw material to innovative polymer materials. The IAP is integrated in these activities with tests of the synthesis of polytrimethyleneterephthalat and thermoplastic polyurethanes using 1,3-propanediol and longer chain α,ω -dicarboxylic acids obtained by biotechnological processes. The properties of the novel polyurethanes containing oligomeric diol blocks consisting of 1,3-propanediol and such dicarboxylic acids as chain segments are strongly determined by the molecular weight of the oligomeric diol block or its composition and the share of polyesterdiols in the polymer chains. High tensile strength of more than 50 MPa and elasticities of up to 100 percent were found. In addition, the polymers are characterized by a considerable thermal sensibilized memory effect.

The industrial implementation of biotechnologically produced raw materials in the synthesis of plastics is furthest advanced in the production, processing and application of poly-L-lactic acid. Melt-processable and biodegradable plastics have been supplied particularly for applications in the packaging sector using the label "NatureWorks"(US). There is a growing interest on the part of the automotive industry in the technical application of PLA materials.

Poly lactide plastics can be synthesized on the basis of lactic acid, and the dilactid derivative obtained from it, using various technological methods. Lactic acid is produced by bioconversion. Starch and sugar containing agricultural raw materials are used in this process. Growing market opportunities can be expected for PLA products in the future owing to improved control of any steps in the synthesis process and a very definite and realistic variability of the product's properties by copolymerization, reactive blending or compounding. Our research efforts are geared towards these tasks as well. A diversification of the properties of PLA materials should be obtained by applying novel hydrophobic comonomers for the statistical and non-statistical ring opening copolymerization of L-lactid. The initial investigations into the polymerizability of such compounds in a copolymerization system has shown promising results.

Nanocomposites – conventional plastics with improved material properties

Today, material innovations are not being produced by polymer structures that need to be created anew, nor will they be in the future. Rather, the conventional plastics materials are increasingly finding their way into special polymer segments by adapting the property profile of the "old" polymers to the new requirements. Improved synthesis processes and more effective catalyst systems in polymer synthesis are proving to be successful as is the intelligent blending with, or plastics reinforcement by fibers or nanoparticles. Because of the high ratio of sur-

face to volume, nanoparticles or nanofibers can be quite effective in reinforcing material properties even at low concentration. Therefore, nanocomposites are increasingly entering plastics application areas, where improved barrier properties, higher temperature stability and conductivity are required. At the IAP, research into the development of improved processes for the synthesis of heterochain polymers (polyethylenterephthalate, polyamide 6.6 and higher derivatives) is accompanied by investigations into the material reinforcement using nanomaterials. Systematic investigations of the production of nanocomposite materials by in-situ polymerization have shown that material improvements were achievable for the synthesis of nano-reinforced PET and PA 6.6. Two aspects are essential: the point at which the feed of the nanomaterials was started and the efficient preparation and activation of the nanoparticle dispersion. Considerable improvements of the material properties were realized especially by using corresponding master batches in the process of polycondensation.

Microencapsulation

Polymer based microcapsules and matrix particles produced by reactive and non-reactive encapsulation processes represent a main focus of IAP's research work. Of particular interest is the development of technologies and processes adapted to the use of defined capsule sizes or capsule wall properties. Also on the table is the search for appropriate starting materials and the optimization of commercial polymer products useful for capsule

formation, and application-oriented system optimization.

Complex systems solution for a wide variety of problems have been worked out thanks to the excellent know-how in the field of microencapsulation emerging from bilateral research and development agreements with industrial enterprises. The compilation of solutions for the encapsulation of agents against domestic animal parasites is a good illustration. A long-term release system characterized by a specific release profile was developed. By elaborating and then applying sophisticated encapsulation technologies, the demand for capsule sizes in the single-digit micrometer range was for the most part met in addition to the required release profile.

In order to extend the application possibilities of encapsulation processes based on amino resins, research work was initiated aimed at reducing the formaldehyde content in the microcapsules. This involves research into the synthesis of formaldehyde-free melamine resin systems. The idea behind these activities is to respond to the legal restrictions on such systems in the particular application area.

We have integrated mini-emulsion polymerization processes in the general process in order to meet the requirement of developing encapsulated systems in the submicron range for customers.

Anwendungen und Dienstleistungen

Thermoplastische und duromere Polymerwerkstoffe

Polymersynthesen

- Polykondensation in Lösung und Schmelze (linearkettige und Netzwerkpolymere)
- Synthese von Polymeren durch Polyaddition
- Synthese statistischer und nichtstatistischer Heteroketten-Copolymere
- radikalische Polymerisation in Lösung, in Masse und in Heterophasensystemen
- Polymersynthesen und Polymermodifizierungen durch Reaktivextrusionsprozesse
- Optimierung technischer Polymersyntheseprozesse

Herstellung von Compounds durch in-situ-Prozesse

- Faserverstärkte und gefüllte Kompositmaterialien
- Biokomposite
- Nanokomposite

Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Kunststoffadditiven

- Pharmaka
- Lebens- und Futtermittelergänzungsmittel
- Kunststoffadditive
- Reaktionskomponenten für Kleb- und Dichtstoffe
- Controlled-Release-Systeme für Wirkstoffe

Applications and services

Thermoplastic and thermoset polymer materials

Polymer syntheses

- solution and melt polycondensation (linear-chain and network polymers)
- synthesis of polymers by polyaddition
- synthesis of random and non-random heterochain copolymers
- radical polymerization in solution, in bulk and in heterophase systems
- synthesis and modification of polymers by reactive extrusion processes
- optimization of engineering polymer synthesis processes (melt condensation, mass polymerization)

Manufacture of compounds by in-situ processes

- fiber-reinforced and filled composite materials
- nanocomposites
- biocomposites

Microencapsulation of active ingredients and plastics additives

- pharmaceuticals
- food and animal feed supplements
- plastics additives
- reaction components for adhesives and sealing compounds
- controlled-release systems for active ingredients

Kontakt Contact



Forschungsbereichsleiter
Division director

Synthese- und Polymertechnik
Synthesis and polymer technology
Dr. Mathias Hahn
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 20
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de

Polymersynthese

Polymer synthesis

Dr. Antje Lieske

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 29
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
antje.lieske@iap.fraunhofer.de

Mikroverkapselung

Microencapsulation

Dipl.-Ing. Monika Jobmann

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 13
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 13
monika.jobmann@iap.fraunhofer.de

Transparente PET-Nanokomposite

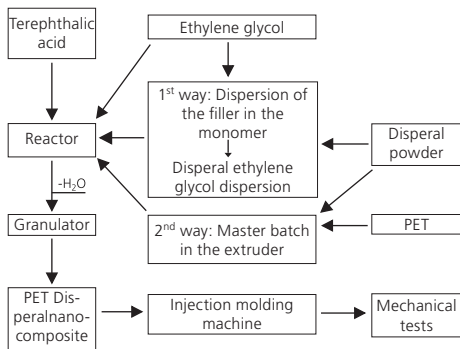


Fig. 1: Different ways to form PET-nanocomposites.

Tab. 1: Mechanical properties of PET nanocomposites.

Production procedure	Addition of Disperal 60 as	Addition at a conversion level of	Tensile strength [N/mm ²]	Elongation at maximum tension [%]	Young's modulus [N/mm ²]	Impact strength [kJ/m ²]
PET reference	-	-	78.0	8.3	2345	>121
Melt compounding	Powder into the melt	-	75.2	6.4		
In-situ synthesis	Dispersion in ethylene glycol	0 %	very brittle material			
		70 %	77.3	3.6	2484	30
		90 %	79.5	4.3	2464	56
Semi-in-situ synthesis	Master batch	90 %	82.4	4.5	2460	>121

Um Kunststoffprodukten auf PET-Basis wie Plastikflaschen noch bessere mechanische Eigenschaften zu verleihen, können nanoskalige Füllstoffe in das thermoplastische Material integriert werden. Für letztere Anwendung wurden bisher schichtstrukturierte Stoffe wie Schichtsilikate verwendet. Allerdings bewirken sie oftmals, dass die hohe Transparenz des reinen PET stark verringert wird. Eine Alternative stellen schichtähnliche Materialien wie basische Aluminium-Hydroxyoxide (Böhmit) dar, die einen geringeren Einfluss auf die Transparenz haben. Böhmit liegt in dispergierter Phase als nanoskalige Plättchen vor. Seine, den Estergruppen adäquate, Hydroxyl- und Carbonylgruppen ermöglichen polare Wechselwirkungen und chemische Bindungen mit dem PET. Ein entsprechendes Produkt ist unter der Bezeichnung Disperal® von der Firma Sasol erhältlich.

PET/Disperal-Komposite

Verschiedene Wege der Herstellung von PET/Disperal-Kompositen wurden im IAP untersucht (Fig. 1). Dabei lieferte die Schmelzkompondierung, bei der das Disperal-Pulver im intensiv mischenden Doppelschnecken-Extruder in die PET-Schmelze eingearbeitet wird, keine verbesserten Materialeigenschaften verglichen mit reinem PET (Tab. 1). Im Gegensatz dazu führten in-situ- und semi-in-situ-Synthese zu besseren Ergebnissen. Untersucht wurden mechanische Eigenschaften (Tab. 1) und das Erscheinungsbild unterm Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM).

In-situ-Synthese

Bei dem in-situ-Verfahren erfolgt die Kompositbildung simultan mit der Synthese von PET aus Terephthalsäure, Isophthalsäure und Glykol. Zuvor wird das pulverförmige Disperal bei hoher Scherrate in Glykol dispergiert. Die Dispersion wurde zu drei verschiedenen Zeitpunkten der Synthese zu dem Ansatz gegeben: (a) 0 Prozent Umsatz der Endgruppen, (b) 70 Prozent und (c)

90 Prozent. Zum Zeitpunkt (c) wird durch Anlegen von Vakuum die eigentliche Polykondensation eingeleitet. Die Synthese nach Weg (a) führt zu einem spröden Material mit geringer Transparenz, das große Agglomerate enthält. Die hohe Konzentration an -COOH-Endgruppen und die Reaktionstemperaturen von bis zu 270 °C bewirken offensichtlich eine Reagglomerierung der zuvor nanoskaligen Böhmit-Plättchen. Mit Weg (b) ist ein geringfügig transparenteres Material mit besseren mechanischen Eigenschaften entstanden. Es liegen vorwiegend fein dispergierte Partikel, aber auch Agglomerate in der PET-Matrix vor (Fig. 2, oben). Die besten mechanischen (Tab. 1) und optischen Eigenschaften (Fig. 2, unten) werden erhalten, wenn die Disperal-Dispersion bei 90-prozentigem Umsatz zugegeben wird. Das entstehende Komposit weist hier augenscheinlich die höchste Transparenz auf (nicht gemessen).

Semi-in-situ-Synthese

Alternativ kann vor der PET-Synthese ein hochkonzentrierter Master-Batch hergestellt werden. Dabei wird Disperal in einer PET-Schmelze mittels Schmelzkompondierung im Doppelschneckenextruder vordispergiert. Dieser Master-Batch wird dem PET-Syntheseansatz zugeführt, wenn 90 Prozent der Endgruppen umgesetzt sind. Verglichen mit allen hergestellten Proben, weist das entstehende PET-Nanokomposit die besten mechanischen Eigenschaften auf (Tab. 1). TEM-Aufnahmen zeigen, dass die Disperal-Partikel weitgehend nanoskalig in der Polymermatrix verteilt sind (nicht dargestellt). Dabei stört der mechanische Abbau bei der Herstellung des Master-Batches nicht, da im Vorkondensat genügend reaktive Gruppen zur Veresterung der Carboxylgruppen und zum Polymeraufbau vorhanden sind.

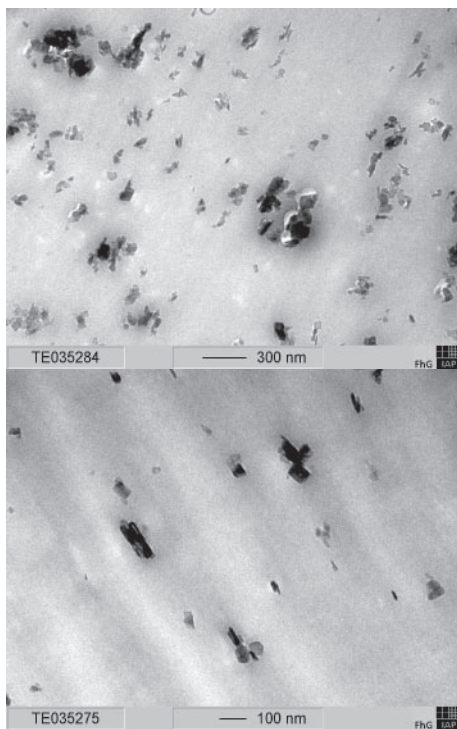


Fig. 2: TEM micrographs of disperal nanocomposites. The dispersion was added at two different levels of end group conversion: 70 percent (top) and 90 percent (bottom).

Transparent PET nanocomposites

Nanoscale filler materials can be integrated in thermoplastic material with the aim of giving plastic PET-based products, such as plastic bottles, better mechanical properties. Typically, layered materials such as layered silicates are applied. However, they often cause a decrease in the high transparency of pure PET. Layer-like materials, such as basic aluminium hydroxy-oxides (boehmite) are an alternative because of their lower impact on transparency. In a dispersed phase, they exist as nanoscale platelets. Its hydroxyl and carbonyl end groups, which are usable for ester groups, allow polar interaction and chemical bonding. One appropriate product is available under the designation Disperal®, which is manufactured by the company Sasol.

PET/Disperal composites

Various ways of producing PET/Disperal composites were investigated at the IAP (Fig. 1). The melt compounding process, in which the Disperal powder is introduced to the melted PET mass by intense mixing in a twin-screw extruder, does not result in an improvement in the products material properties in comparison to pure PET (Tab. 1). In contrast, better results were observed with *in-situ* and *semi-in-situ* synthesis. The transmission electron microscope (TEM) showed both the optical appearance of the product and the mechanical properties (Tab. 1).

In-situ synthesis

In the *in-situ* process, the composite formation occurs concurrently with the synthesis of PET from terephthalic acid, iso-terephthalic acid and glycol. The Disperal powder is dispersed in glycol beforehand with a high shear rate. The dispersion was added to the reaction batch at different times during synthesis: (a) 0 percent conversion of end groups, (b) 70 percent and (c) 90 percent. At time (c), the polycondensation is started by applying a vacuum. The synthesis by method (a) leads to a

brittle material with low transparency interspersed with large agglomerates. The high concentration of –COOH end groups and the reaction temperatures of up to 270 °C obviously cause a re-agglomeration of the formerly nanoscale boehmite platelets. With method (b), a slightly more transparent material with better mechanical properties was formed containing predominantly finely dispersed particles as well as agglomerates in the polymer matrix (Fig. 2, top). The best mechanical (Tab. 1) and optical properties (Fig. 2, bottom) were observed after the Disperal dispersion was added at a conversion level of 90 percent. Here, the composite formed has apparently the highest transparency (not measured).

Semi-in-situ synthesis

Alternatively, a master batch can be prepared before the PET synthesis. The Disperal is thereby pre-dispersed in melted PET by means of melt compounding in a twin screw extruder. This master batch is added to the PET synthesis batch when 90 percent of the end groups are converted. Comparing all prepared samples, the formed PET nanocomposite has the best mechanical properties (Tab. 1). TEM images show that the Disperal particles are generally well dispersed (not shown). The mechanical degradation occurring during the production of the master batch does not interfere since there are enough reactive groups available for the esterification of carboxyl groups and the polymer constitution.

Kontakt Contact



Dipl.-Ing. (FH) André Gomoll
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 10
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
andre.gomoll@iap.fraunhofer.de

Verfahrensentwicklung bis zum Pilotmaßstab am Beispiel einer inversen Emulsionspolymerisation

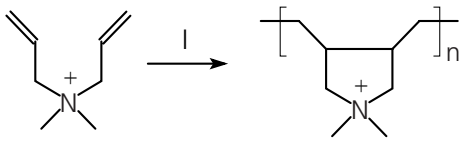


Fig. 1: Cyclopolymerization of diallyl-N,N-dimethylammonium chloride.

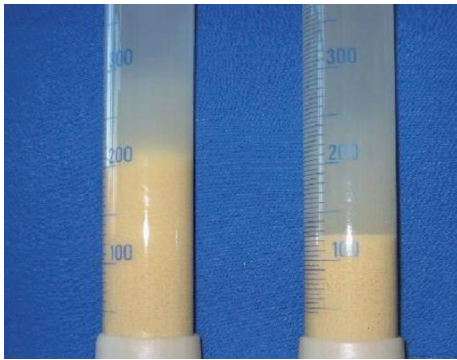


Fig. 2: Flocculation of kaolin with a commercial (left) and the novel polyDADMAC (right).

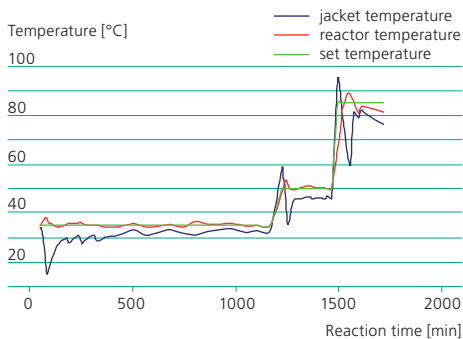


Fig. 3: Temperature trends in a successful pilot trial for the synthesis of high molecular weight polyDADMAC.

Forschung für die Praxis – das ist die Zielstellung der Fraunhofer-Gesellschaft. Vor diesem Hintergrund ist die Übertragung von Laborergebnissen aus FuE in den technischen Maßstab eine zentrale Aufgabe. Dem Kunden sollen dabei bewertbare Verfahren zur Verfügung gestellt werden.

Auch das im Fraunhofer IAP entwickelte Verfahren zur Synthese von hochmolekularem (M_w 1-2·10⁶ g/Mol) Polydiallyldimethylammoniumchlorid (PolyDADMAC, Fig. 1) in inverser Emulsion sollte in den Technikumsmaßstab umgesetzt werden. Das mit bisher unerreicht hohen Molmassen zugängliche hydrolyse stabile kationische Polymer ist für Anwendungen in Fest/Flüssig-Trennprozessen (Abwassertechnologie, Papierherstellung; Fig. 2) geeignet und kann unter bestimmten Bedingungen z. B. hohe Temperatur marktgängige acrylamidbasierende kationische Copolymere ersetzen.

Beim Übergang vom Labormaßstab (250 mL) in den Pilotmaßstab (1 m³) ergaben sich verschiedene Fragestellungen bezüglich der Umsetzung einzelner Verfahrensschritte in der Pilotanlage. Dies betraf zunächst vor allem die Herstellung der Primäremulsionen und die Wärmeabführung.

Die bei der Herstellung der Primäremulsion eingebrachten Scherkräfte bestimmen die Partikelgrößen und damit die Sedimentationsstabilität der Polymerdispersionen. Die im Labor mit High-Speed-Rührer und Ultraschall eingebrachte Scherung muss daher adäquat auf den Pilotmaßstab übertragen werden. Entsprechende Untersuchungen erfolgten in einer multifunktionalen kontinuierlichen Labordispersieranlage, die Upscale-Möglichkeiten auf den Produktionsmaßstab bietet (IKA Labor Pilot 2000/4, Durchsatz bis 300 L/h). Werkzeugkonfiguration, Dispergierzeit und Drehzahl wurden variiert, das Förderolumen wurde konstant gehalten.

Als Maß für die erreichten Tröpfchengrößen und damit die Qualität der Emulsionen diente deren Viskosität. Aus den Daten wurde in Zusammenarbeit mit der Fa. Mack Industrievertretungen die nötige Konfiguration für das technische Dispergiergerät ermittelt.

Um eine sichere Fahrweise zur Abführung der Polymerisationswärme zu etablieren, wurden kalorimetrische Daten ermittelt und daraus die zu jedem Zeitpunkt erforderliche Kühlleistung berechnet.

Trotz scheinbar exakter Übertragung der Laborbedingungen startete die Polymerisation beim ersten Pilotansatz erst bei im Vergleich zum Labor deutlich erhöhten Temperaturen. Unter diesen Bedingungen war die Polymerisationsgeschwindigkeit so hoch, dass die anliegende Kühlleistung nicht ausreichte, die Polymerisation nicht mehr kontrollierbar war und ein Polymer mit nur geringer Molmasse entstand. Ursache war der zu hohe Sauerstoffgehalt der Primäremulsion aufgrund ungenügender Stickstoffspülung. Modellpolymerisationen im Labor zeigten, dass eine reproduzierbare Sauerstoffbestimmung in den Emulsionen mit kommerziellen Sauerstoffelektroden möglich ist. Der Grenzwert der Sauerstoffkonzentration liegt bei 1,4 mg/L. Bei höheren Werten kommt es zu Inhibitionszeiten und einem Molmassenabfall.

Pilotansätze, bei denen die Viskosität der Primäremulsion und der Sauerstoffwert innerhalb der im Labor bestimmten Grenzen lagen, waren bezüglich des Temperaturregimes problemlos beherrschbar (Fig. 3) und ergaben stabile Polymerdispersionen, wobei die erzeugten Molmassen denen im Labor entsprachen. Das Laborverfahren konnte erfolgreich in den Pilotmaßstab übertragen werden.

Process development up to pilot scale exemplified by an inverse emulsion polymerization

Research for practical application is the key objective of the Fraunhofer-Gesellschaft. Against this background, the transfer of F&E results from lab to technical scale is a central challenge. The Institute's customers must be given assessable technologies.

The process for the synthesis of high molecular-weight (M_w 1-2·10⁶ g/mole) polydiallyl-N,N-dimethylammonium chloride (polyDADMAC, Fig. 1) in inverse emulsion developed at the Fraunhofer IAP was to be up-scaled. The hydrolytically stable cationic polymer, with uniquely high molecular weights so far, is suitable for uses in solid-liquid separation processes (e.g. wastewater technology, papermaking, Fig. 2) and can replace the commercial acrylamide-based cationic copolymers under certain conditions (e.g. high temperatures).

The transfer from lab scale (250 mL) to pilot scale (1 m³) raised several questions with respect to implementation of the individual steps in the process in the pilot plant. These revolved around the generation of the primary inverse emulsions and heat removal.

The shear forces used for generating the inverse emulsions determine the particle sizes and the stability of the polymer dispersions against sedimentation. Hence, the shear introduced by means of a high-speed stirrer and ultrasound in the lab had to be properly scaled for the pilot process. The appropriate tests were carried out in a multi-functional continuous lab dispersing machine (IKA Labor Pilot 2000/4, throughput up to 300 L/h), which allows a simple scale-up. Tools, dispersion time and rotation speed were varied, and the delivery volume was held constant. Viscosity of the emulsions was taken as a measure for the droplet sizes. The configuration required for the technical dispersing machine was calculated from the data

obtained in cooperation with the company Mack Industrievertretungen.

To establish a safe operation mode for the removal of the heat of polymerization, calorimetric data were collected and used to compute the cooling capacity required for each point of reaction time.

Despite an apparently accurate transfer of the lab conditions, polymerization did not start in the first pilot trial until the vessel was heated up to a considerably higher temperature than in the lab. The high temperature led to a higher rate of polymerization, whereby the adjacent cooling capacity became too low to dissipate the heat of polymerization. This caused a runaway of the polymerization and led to a low molecular weight polymer. The reason for this was found to be residual oxygen in the primary emulsion due to insufficient purging with nitrogen. Model polymerizations in the lab demonstrated the possibility of a reproducible oxygen determination in the primary emulsions using commercial oxygen electrodes. The threshold value for oxygen was found to be 1.4 mg/L. Higher values cause inhibition and decrease of molecular weight.

Pilot trials, in which the viscosity of the primary emulsions and the oxygen content are within the limits, were controllable without difficulties with respect to the temperature regime (Fig. 3) and led to stable polymer dispersions. The molecular weights of the polymers corresponded to those generated in the lab. The lab process could successfully be transferred to pilot scale.

Kontakt Contact



Dr. Antje Lieske
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 29
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
antje.lieske@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

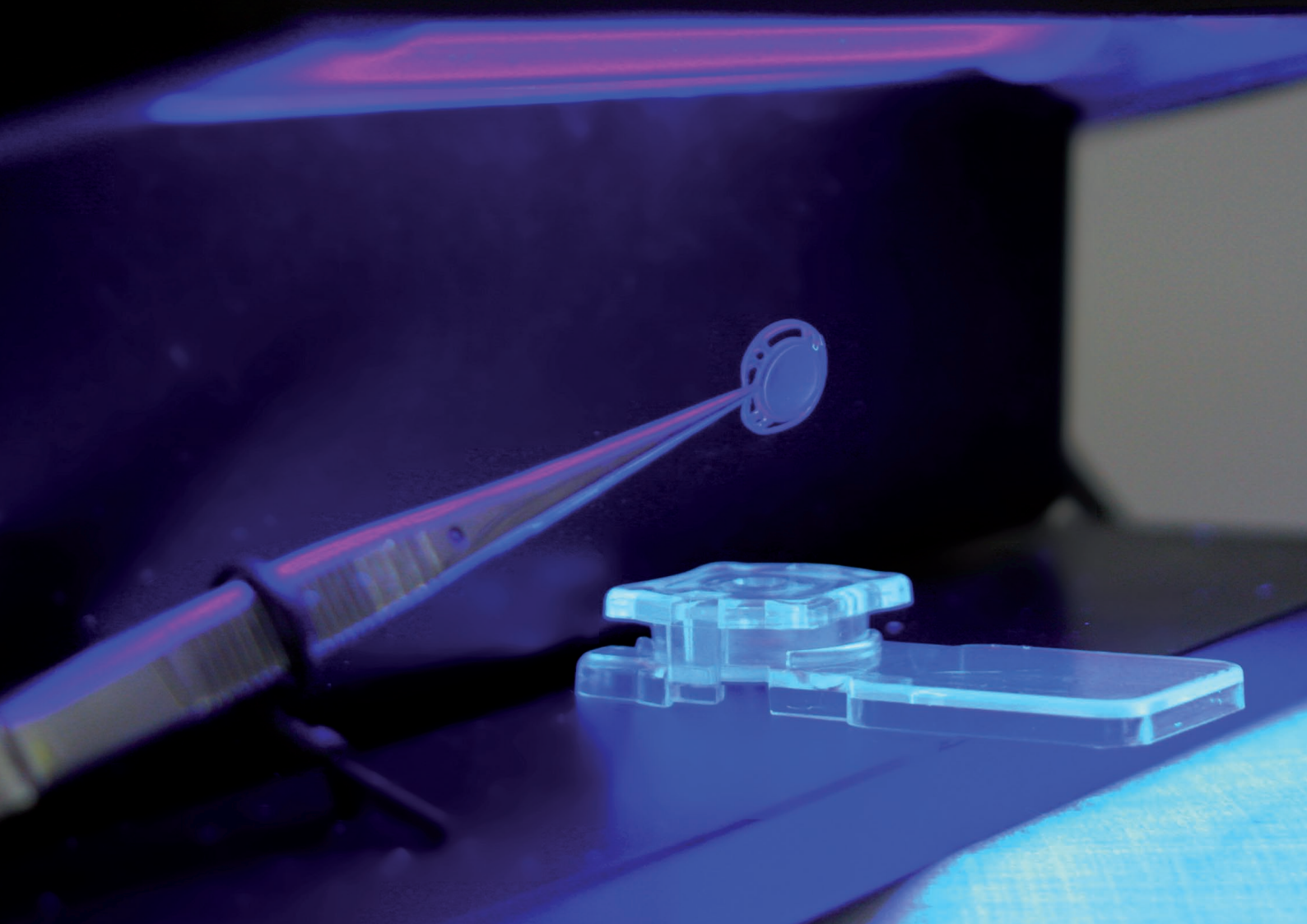
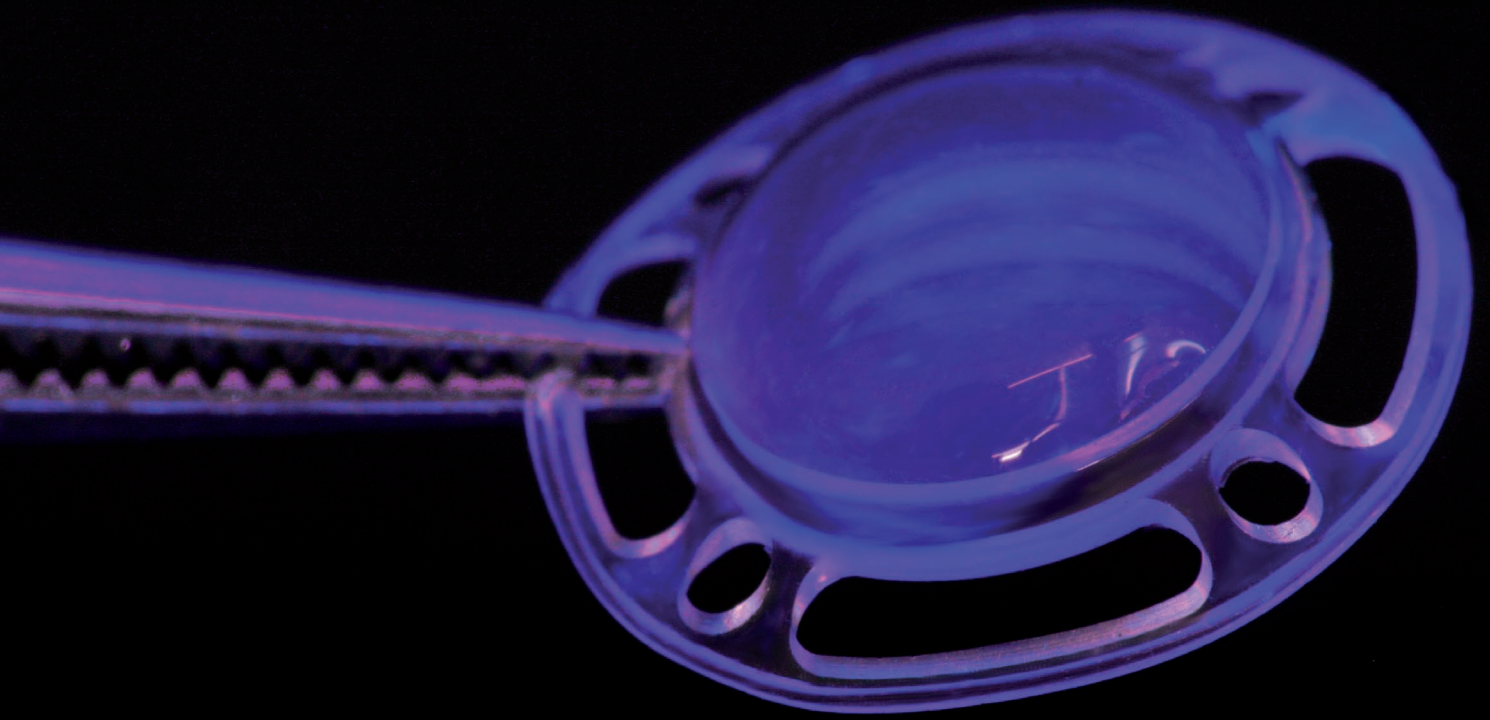
Bundesministerium für Bildung und Forschung
01RC0101-03

Kooperation Cooperation

HWT Wassertechnische Anlagen GmbH,
Erzhausen;
Katpol Chemie GmbH, Bitterfeld;
Mack Industrievertretungen, Bad Klosterlausnitz

Literatur Literature

- [1] W. Jaeger, M. Hahn, A. Lieske, H. Korth, R. Staack, A. Scordialo: *Water Soluble Branched Block Copolymers*, WO 03/082938, (2003)
- [2] M. Hahn, W. Jaeger, A. Scordialo, H. Korth, R. Staack: *Water-Soluble Branched Block Copolymers*, WO 02/079282, (2002)



Wasserbasierende Polymersysteme

Water-based polymer systems

Profil wasserbasierender Polymersysteme
Features of water-based polymer systems

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Polymeradditive für wässrige Feuerlösch- und Brandschutzmittel
Polymer additives for aqueous fire suppressants and flame retardants

Polymerpartikel für optische Technologien
Polymer particles for optical technologies

Künstliche Augenhornhaut
Towards an artificial cornea

Intelligente Polymermaterialien für die Biomedizin
Intelligent polymer materials for biomedicine

*Oben: Die künstliche Augenhornhaut – ein Lichtblick.
Top: The artificial cornea – a light at the end of the tunnel.*

*Unten: Selektive Beschichtung des optischen Bereichs – Polymerisation unter der UV-Lampe.
Bottom: Selective coating of the optical center – polymerization under the UV lamp.*

Profil wasserbasierender Polymersysteme

In der aktuellen Debatte um Nachhaltigkeit, speziell um eine nachhaltige Produktion und Chemie, spielt Wasser als Reaktions-, Verarbeitungs- und Anwendungsmedium eine besondere Rolle. Der Vorteil wässriger Systeme liegt in ihrer Kombination vieler günstiger Eigenschaften wie Ungiftigkeit, Unbrennbarkeit, Fähigkeit zum Recycling, großen Ressourcen und niedrigem Preis. Daher sind wasserbasierende Systeme für die Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von Polymeren gleichermaßen attraktiv, sowohl unter sicherheitstechnischen und ökologischen als auch unter ökonomischen Gesichtspunkten. Entsprechend nimmt die Bedeutung wasserbasierender Polymersysteme kontinuierlich zu. In den Wachstumsfeldern Medizin und Medizintechnik, Gesundheit, Ernährung, Bio- und Lebensmitteltechnologie existieren wegen des spezifischen Eigenschaftsprofils ohnehin wenig Alternativen zu wasserbasierenden Systemen. Andererseits werden immer mehr wasserbasierende Polymersysteme als neue Lösungen für Anwendungen eingesetzt, die traditionell organischen Lösemitteln vorbehalten waren und in neuen Gebieten wie der Nanotechnologie.

Unser Arbeitsgebiet wasserbasierende Polymersysteme umfasst das gesamte Spektrum von Polymeren, die wasserlöslich sind und in wässriger Lösung angewandt werden. Es beinhaltet gleichermaßen auch Systeme, die 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. Dazu kommen die vielen Polymersysteme, die in ständigem Kontakt mit Wasser eingesetzt werden, ohne dass sie notwendigerweise in Wasser löslich sind oder darin hergestellt wurden. Direkt in Wasser angewandt werden beispielsweise Viskositätsregler, Tensi-

de, Emulgatoren und Löslichkeitsvermittler, Anti-Redeposition Agents, (Ent)schäumer, Ionenaustauscher und Wasserenthärter, Hydrogele oder Superabsorber. Aus Wasser appliziert werden u. a. Papierchemikalien, Flockmittel, Weichspüler, Haarpflegemittel, Lacke, Klebstoffe, Photoresists oder Betonhilfsmittel. Als temporäres Hilfsmittel wird Wasser für viele Polymerkolloide und Latices eingesetzt, sei es für Anstriche, Tinten, Kautschuke oder PVC und diverse Verkapselungsmaterialien. In ständigem Kontakt mit Wasser befinden sich viele Beschichtungen, Membranen, bakterizide Oberflächen, medizinische Materialien oder Absorber. Der Palette der Möglichkeiten ist beliebig breit.

Rahmenbedingungen für wasserbasierte Systeme

Trotz ihrer scheinbar verwirrenden Vielfalt stehen die meisten wasserbasierenden Polymersysteme sich näher, als es auf den ersten Blick erscheint. Alle verbindet das Problem, in dem hoch komplizierten, chemisch aber alles andere als inerten Medium Wasser zu bestehen und zu funktionieren, bzw. sich darin untersuchen zu lassen. Solche Polymersysteme müssen mit einer wässrigen Umgebung sowohl verträglich, funktionstüchtig als auch beständig sein. Das gilt für Herstellung, Lagerung und Anwendung gleichermaßen. Aufgrund dieser Rahmenbedingungen werden oft verwandte molekulare Strukturen, Synthese- und Analysemethoden eingesetzt.

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 Syntheseme-

thodik, Verfahrensentwicklung, Analytik und Charakterisierung in wässrigen Systemen für verschiedenste Anwendungen, auch solche außerhalb von Wasser. In allen diesen Feldern besitzen wir langjährige Erfahrung und spezifisches Know-how. Besondere Schwerpunkte bilden die Arbeitsgebiete Stoffentwicklung, molekular gelöste Systeme, polymere Kolloide und Nanopartikel, Hydrogele sowie Grenz- bzw. Oberflächen.

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 heterogenen Polymerisation. Neben der eigentlichen Polymerentwicklung entwickeln wir auch neue Polymerbausteine, wie Monomere, Initiatoren, Kettenregler und Additive.

Abgesehen von seinem aggressiven chemischen Verhalten weist Wasser eine Reihe besonderer physikalischer Eigenschaften auf. Daher ist das Verhalten wasserbasierender Polymere oft komplex und sehr spezielle Analyse- und Untersuchungsmethoden sind vonnöten. Parallel zu unserer Syntheseerfahrung verfügen wir daher auch über eine hoch entwickelte Analytik und Untersuchung wässriger bzw. wasserbasierender Systeme und können so eine ganzheitliche Entwicklung neuer Produkte und Verfahren unter verschiedensten Aspekten betreiben.

Die folgenden Aufsätze stellen aktuelle Arbeitsthemen mit den dazu gehörigen Partnern vor. Sie zeigen exemplarisch die Vielseitigkeit und -schichtigkeit wasserbasierender Polymersysteme und illustrieren die thematische Breite des Forschungsbereichs.

Features of water-based polymer systems

When debating "sustainability", in particular in production and chemistry, water is a key medium. This applies to the manufacturing, processing and application of polymers as well. Water-based systems offer a number of benefits, as water is inherently safe, i.e. non-toxic, incombustible and environmentally benign. Moreover, it is available in large quantities throughout Europe, is inexpensive, and can be easily recycled. In consequence, water-based systems are attractive for the production, processing and use of polymers, from the point of view of safety, ecology and economy. Hence, water-based polymer systems are playing an increasingly important role.

Additionally, for inherent reasons, there are few alternatives to water-based systems in many growing fields, such as medicine and medical materials, health care, nutrition, biotechnology or food technology. Additionally, water-based polymer systems are increasingly being adopted in new fields such as nanotechnology and as a solution for applications that traditionally made use of organic solvents.

Our activities in water-based polymer systems cover the full spectrum of polymers that are water-soluble or applied in aqueous solution. We also work with systems that are applied in aqueous solution, but whose ultimate use is non-aqueous. Furthermore, we make use of water-insoluble systems that utilize water as a temporary auxiliary, processing aid or dispersant medium, or are used in permanent contact with water without themselves being water-soluble or produced in water.

Polymers used directly in water include, for instance, viscosifiers, texturing agents, surfactants, emulsifiers, compatibilizers, anti-redeposition agents, (de)foamers, ion exchangers and sequestering agents, hydrogels and superabsorbents. Flocculants, paper chemicals, softeners, for hair and body

care, lacquers, glues, photoresists, or concrete processing aids such as superplasticizers are among the systems applied from water. Water is a temporary auxiliary for polymer colloids and lattices, be that paints, rubbers, PVC products, or inks, and materials for encapsulation. Permanent contact with water applies for many coatings, membranes, bactericide surfaces, medical materials, or absorbers. The range of possibilities is enormous.

Framework conditions for water-based systems

Despite their various uses and their apparently diverse character, water-based polymer systems share many specific features. In particular, all systems face the challenge of how to survive and function correctly in water. It is important to keep in mind that water is, on the one hand, very complex, and on the other hand by no means inert chemically. Analyzing, investigating and monitoring all systems presents similar difficulties. Such polymer systems must be compatible, effective and resistant in an aqueous environment, during production, storage and throughout their life cycle. Due to these common conditions, the molecular structures, synthetic procedures and analytical methods used are often closely related.

Profile of the research division

The division has expertise, know-how and competences in all areas of water-based polymer systems. We develop monomers, polymers, formulations and materials, establishing their synthetic methodology, process development, and analytics as water-based systems. We dispose of long-standing experience and specific know-how in all of these fields. A particular focus of our

activities is the development of molecularly dissolved systems, of polymer colloids and nanoparticles, of hydrogels and of interfaces and surfaces.

We also specialize in polymer syntheses and chemical reactions in water and similar solvents. Particular emphasis is placed on free radical polymerization in all variations, the chemical modification of polymers – which is especially required for polymers based on renewable resources – and the methods of heterogeneous polymerization. And we develop new building blocks for polymers, including new monomers, initiators, chain transfer agents, and additives.

Water is not only a chemically rather aggressive medium, but also exhibits a number of unusual, complex physical properties. Consequently, the behaviour of water based systems may be highly complex. Specialized analytical tools and methods are therefore needed to study such systems. To complement our expertise in material synthesis and development, we have established the appropriate analytical unit for aqueous and water-based systems. This enables us to offer a comprehensive approach to new products and processes, and to examine different challenges and questions.

The following essays reflect the wealth of topics dealt with in our division and present some of our partners. The recent topics chosen illustrate the versatility and complexity of water-based polymer systems and exemplify the broad range of our expertise and skills.

Anwendungen und Dienstleistungen

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
- Pfcopolymerisation 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 Blockcopolymerere
- polymere Tenside
- Polyelektrolyte mit alternierenden Ladungen (Pfcop-, 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 und Tensiden

Applications and services

Water-soluble polymers

Selected applications

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

New syntheses and processes

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

Defined molecular architectures

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

Dispersions and colloids

Special dispersions

- tailored particle sizes and size distributions in the nano and micron ranges
- adjustment of particle morphology, functionality and reactivity
- control of viscosity, storage stability and the film formation behavior for coatings

Model colloids

- surface modification as biomolecule carriers for medical diagnostics and controlled drug release
- color, fluorescence or magnetic labeling for basic and applied research, diagnostics and medical therapy
- building up two- and three-dimensional polymer colloid arrays as optical sensor elements (e.g. for color recognition, distance measurement)

Syntheses

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

Complex chemical analysis

- of polymers, additives and surfactants

Kontakt Contact



Forschungsbereichsleiter
Division director

Wasserbasierende Polymersysteme
Water-based 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

Wasserbasierende Funktionspolymere und Kolloide

Water-based 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

Funktionspolymere für die Medizintechnik
Functional polymers for medical technology

Dr. Joachim Storsberg

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

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

joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

Polymere Nanotechnologie für Life-Science
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

Polymeradditive für wässrige Feuerlösch- und Brandschutzmittel

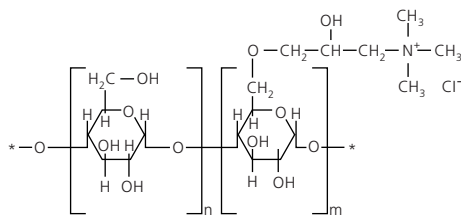


Fig. 1: Trimethylammoniumhydroxypropyl starches as base material with sticking effect.



Fig. 2: Attempt to extinguish a fire of a wood frame.



Fig. 3: Burning chamber for flame tests.

Feuer gilt als Naturgewalt – in unkontrollierter Form richtet es schwerste Schäden an. So brechen in Europa jährlich etwa 45 000 Waldbrände aus, die erhebliche Kosten verursachen und vor allem Mensch, Tier und Umwelt existenziell bedrohen. In der Praxis hat sich eine Vielzahl von Wasseradditiven zur aktiven und präventiven Brandbekämpfung bewährt. Bei der aktiven Brandbekämpfung werden so die rheologischen Eigenschaften des Löschmittels verbessert, durch eine verzögerte Wasserfreisetzung mehr Löschmittel in die Brandzone transportiert sowie durch brandhemmende Zusätze die Wirkung des Löschmittels verstärkt. In der präventiven Brandbekämpfung werden temporäre Schutzschichten auf Oberflächen aufgebracht, um eine Ausbreitung des Feuers zu behindern. Wichtige, zusätzliche Eigenschaften für solche Wasseradditive sind Umweltverträglichkeit, Quellungsvermögen, aber auch gute Haftung auf allen Arten von Oberflächen.

Derzeit werden in der Brandbekämpfung wässrige Medien eingesetzt, die als Additive unmodifizierte oder anionisch modifizierte Polymere, im Wesentlichen vernetzte Polycarboxylate, enthalten. Jedoch ist bei diesen herkömmlichen Systemen die Haftung zwischen Brandschutzkomponente und Brandgut nicht befriedigend. Vor allem auf nicht horizontalen Oberflächen (Wände, Decken) fehlt oft der wichtige Klebeffekt.

In Zusammenarbeit mit dem Institut der Feuerwehr Sachsen-Anhalt (IdF) wurde dieses Problem aufgegriffen. Grundlage für die Entwicklung neuer Systeme ist die Hypothese, dass Oberflächen meist negativ geladen sind. Daher sollten kationisch modifizierte Polymere besser auf dem Brandgut haften.

Funktionale Vernetzung kationischer Polysaccharide

Ausgehend von dieser Idee gelang es uns, aus Polykationen kaltquellende Gelmaterialien mit sehr guter Wirksamkeit als Brandschutz- bzw. Feuerlöschadditiv zu entwickeln. Hierfür wurden kostengünstige Polysaccharide mit verschiedenen funktionalen, brandhemmenden Vernetzern umgesetzt. Als Basismaterialien eignen sich prinzipiell alle Polysaccharide mit quaternären Stickstoffatomen. Besonders effektiv sind niedrig-substituiertes kationisches Guarkernmehl und kationische Stärken.

Sie haben den Vorteil, dass die polymergebundenen Ammonium-Gruppen selbst inhärent flammhemmend sind, analog zum Löschmittel ABC-Pulver aus Ammoniumsalzen. Zudem gewährleisten sie eine gute Biokompatibilität des Additivs.

Werden diese neuen Hydrogelbildner mit funktionalen Substanzen, die selbst flammhemmend wirken, vernetzt, verstärkt sich die flammhemmende Wirkung. Beispiele für derartige Vernetzer sind Methylolmelamine, Methylolharnstoffe, reaktive Orthosilikate oder Borate. Ihre Reaktion mit den Kohlenhydraten erfolgt in technologisch günstigen Trockenverfahren, z. B. im Knetter mit anschließender Kontakttrocknung oder im Doppelschnecken-Extruder. Die Verarbeitbarkeit wird durch plastifizierende Zusätze verbessert, wobei Weichmacher wie Methylharnstoffe gleichzeitig die flammhemmenden Eigenschaften des Additivs verstärken. Das entstehende Trockenprodukt wird anschließend gemahlen, gesichtet und kann dann in Wasser gelöst/gequollen werden, um in der Brandbekämpfung eingesetzt zu werden.

Polymer additives for aqueous fire suppressants and flame retardants

Fire is deemed to be a force of nature which causes heavy damage in an uncontrolled manner. Every year, some 45,000 forest fires break out in Europe. This generates extensive costs and presents a real threat to man, animals and the environment. Numerous water additives have become established in the practice of active and preventive fire-fighting. Particularly in the case of active fire-fighting, these products fulfill different functions: they modify the rheological characteristics of the aqueous extinguishing media, they retard the release of water in order to keep it active within the fire zone, and finally they improve fire suppressants by using suitable additives that exhibit a flame-retarding effect. One of many preventive fire-fighting methods is to apply a temporary protective layer to the surfaces near the fire source in order to effectively decrease the spread of the fire. Environmental compatibility, swellability and the ability to adhere to all kinds of surfaces are further essential features of such water additives.

The aqueous media currently used for fire-fighting and protection mostly consist of anionically modified polymers such as cross-linked polycarboxylates as their active component. However, current additive systems pay less attention to adequate adhesion of the gel-forming polymer. They often lack sufficient sticking effect on non-horizontal surfaces (walls and ceilings).

Within the framework of a cooperative project with the Institute of the Fire Department of Saxony-Anhalt (IdF LSA) we tried to solve this problem following the assumption that most of the surfaces are negatively charged. Hence cationically modified polymers should display better adhesion to the burning material.

Functional cross-linking of cationic polysaccharides

Based on this idea, we succeeded in showing that the reaction of commercially available cationic polysaccharides with different functional, flame-retarding cross-linking agents produces cold-swelling gel materials that are very efficient in fire fighting. In general any polysaccharide with quaternary nitrogen atoms is suitable as a sticking base material; this is also true for low substituted cationic guar gum and cationic starch, which both also have good biocompatible properties. Moreover, the ammonium groups of these substrates exhibit a flame-retarding effect similar to that of ABC powders made of different ammonium salts, which is increased by the reaction with functional cross-linkers. Examples of such flame-retarding cross-linking agents are methylol melamines, methylol ureae, reactive orthosilicates and borates. The cross-linking reaction with the carbohydrate takes place in technologically favorable processes of dry modification, e.g. in kneaders followed by contact drying, or in a twin screw extruder. Plasticizing agents may also be added in order to improve processability. Plasticizers such as methylated urea reinforce the flame-retarding impact of the polymer additive at the same time. The dried intermediate is subsequently milled and fractionated and can be dissolved or swollen in water to obtain the desired fire suppressants.

Kontakt Contact



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. Jörg Bohrisch
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-13 31
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
joerg.bohrisch@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe

Kooperation Cooperation
Institut der Feuerwehr Sachsen-Anhalt (IdF)

Literatur Literature
[1] S. Bruzzano, J. Bohrisch, G. Pleß: *Kohlehydrat basierende Additive mit Klebeeffekt für wässrige Feuerlösch- und Brandschutzmittel, deren Herstellung und Verwendung*, AZ: 10 2007 050 839.7, (2007)

Polymerpartikel für optische Technologien



Fig. 1: Monodisperse polymer latex batches: Colors resulting from structure formation after latex cleaning in dialysis tubes.

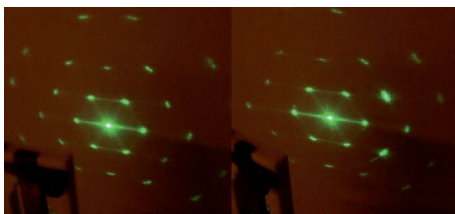


Fig. 2: Laser diffraction pattern of a multi-layer particle grating. Individual diffraction spots flash up when the angle of incident light changes (proof of the 3-D grating structure).

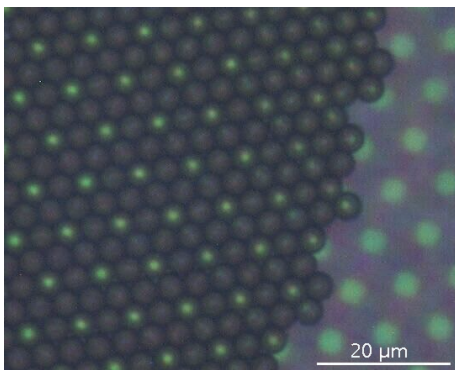


Fig. 3: Hierarchical grating of 4 μm (top layer) and 8 μm (lower layer) PS particles in white light optical microscopy. Color effects result from Talbot diffraction at the lower plane.

Die als »Latexteilchen« aus Dispersionsbindemitteln für Anstrichstoffe bekannten Polymerpartikel können mit Hilfe moderner Polymerisationstechniken in Heterophasen immer zielgerichteter synthetisiert und modifiziert werden. Derartige hoch spezialisierte Partikel halten im Zuge der interdisziplinär voranschreitenden Nanotechnologien zunehmend Einzug in zukunfts-trächtige Anwendungsgebiete wie Bio- oder optische Technologien. Während in biomedizinischen Anwendungen häufig die Eigenschaften der individuellen Partikel beim Transport oder der Freisetzung von Wirkstoffen zum Tragen kommen, sind es in der Optik vornehmlich die durch Selbstorganisation der Partikel erzeugten Strukturen. Liegen deren charakteristischen Längenskalen in der Größenordnung der Lichtwellenlänge, resultieren spezifische photonische Eigenschaften. Diese reichen von dekorativen Farbeffekten über Antireflexionsschichten unter Ausnutzung des sog. Mottenaugeneffekts bis hin zu photonischen Kristallen (sog. optischen Halbleitern), die eine Lichtausbreitung nur in wohl definierten Richtungen und Frequenzbändern zulassen.

NAMIROS

Im BMBF-Verbundprojekt NAMIROS (Nano- und Mikro-Raumgitter für die optische Sensorik) arbeiten wir gemeinsam mit der Abteilung Polymerphotochemie des IAP-Forschungsbereichs Funktionale Polymersysteme an der Herstellung und Charakterisierung von Partikel basierten Raumgittern, die im Vergleich mit 3-D-Gittern anderer institutioneller Partner (holographische Gitter und Sandwichstrukturen aus Azo-Polymer basierten Oberflächengittern) in innovativen optischen Sensor-konzepten untersucht werden. Industriepartner im Verbund verfolgen

damit das hochgesteckte Ziel, bestimmte Funktionalitäten des menschlichen Sehens (schnelle Objekterkennung, Tiefensensorik, Farbadaption) für die optische Bildverarbeitung nutzbar zu machen. Bereits in zwei Jahren soll eine entsprechende Demonstrator-Kamera zur Verfügung stehen.

Optische Gitter

Polymerkügelchen sehr einheitlicher Größe, deren Oberflächenfunktionalität im Hinblick auf ihr Selbstorganisationspotenzial optimiert wurde, werden mit Hilfe speziell entwickelter Depositionsverfahren in Form hochgeordneter, hexagonal dicht gepackter Partikelschichten auf Glassubstraten abgeschieden. Zur Einstellung des Brechzahlkontrasts und zur Stabilisierung der Schichten können die Partikelzwischenräume zusätzlich z. B. mit UV-härtbaren Polymeren gefüllt werden. Im Ergebnis entstehen dreidimensionale diffraktive optische Elemente, deren Gitterkonstante allein durch die Größe der verwendeten Partikel bestimmt wird. Die optischen Übertragungseigenschaften der Schichten werden anhand ihrer spektroskopischen und diffraktiven Eigenschaften sowohl im Fernfeld (Fraunhofer-Beugung, vergl. Seite 56) als auch im Nahfeld (Talbot-Interferenzen) charakterisiert. Letztere sind insbesondere für die sensorspezifische Ankopplung der Raumgitter an eine CCD-Matrix von Interesse. Untersucht wird vor allem der Einfluss der 3. Gitterkonstante (z-Richtung) auf die Übertragungseigenschaften (Fig. 2). In diesem Zusammenhang werden auch hierarchische Gitter aus Kombinationen von Schichten aus unterschiedlichen Partikelgrößen hergestellt und charakterisiert (Fig. 3).

Polymer particles for optical technologies

Polymer colloids – well-known for decades as synthetic latex binders in paints and coatings – can be synthesized and modified by modern heterophases polymerization techniques in a target-oriented way in order to match specific applications. These tailor-made particles are increasingly entering such seminal fields as biotechnology or optical technologies as part of the interdisciplinary progress of nanotechnology. Biomedical applications are usually based on properties of the individual particles, and are concerned with carrying or releasing active agents. Optical applications, on the other hand, use the structures formed by particle self-assembly. Characteristic length scales of these structures are in the order of light waves and result in specific optical effects ranging from decorative coloring to anti-reflection coatings based on the moth eye effect or photonic crystals (so-called optical semiconductors) that enable light propagation in well-defined directions and frequency bands only.

NAMIROS

NAMIROS (nanoscopic and microscopic spatial gratings for optical sensorics) is a joint project supported by the German Federal Ministry of Education and Research. Together with our department of polymer photochemistry, we prepare and characterize multi-layered grating structures from polymer particles. These gratings are tested in innovative concepts for optical sensors and are compared with other types of 3-D gratings from joint institutional partners, e.g. holographic gratings and sandwich structures of azo-polymer-based surface gratings. Our industrial project partners aim to use this approach to apply specific features of human vision (fast recognition of objects, multiple distance detection, adap-

tation to colored light) to optical image processing. A camera prototype should be available within two years.

Optical gratings

Spherical polymer particles of very uniform size are prepared by emulsion or dispersion polymerization. The surface functionality of the particles is optimized to achieve a high organization potential via self-assembly. For the preparation of highly ordered, hexagonally close-packed particle layers on glass substrates, we use various especially developed deposition techniques. Additionally, the voids between the particles can be filled with UV curable polymers, for example, in order to adjust the refractive index contrast and mechanically stabilize the arrays. As a result we get 3-D diffractive optical devices whose lattice constants depend only on the size of the particles used for array fabrication. The optical transfer functions of these arrays are characterized by their spectroscopic and diffractive properties in the optical far field (Fraunhofer diffraction, see page 57) as well as in the near field (Talbot interferences). The latter is especially important for sensor applications based on the direct coupling between a 3-D grating and a CCD matrix. The investigation of the influence of the third lattice parameter (z-direction) on the optical transfer properties is of particular interest (Fig. 2). In this context, we started to prepare and describe the characteristics of so-called hierarchical gratings, i.e. combinations of layers of different particle sizes (Fig. 3).

Kontakt Contact



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

Dr. Bernd-Reiner Paulke
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-11 59
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
bernd-reiner.paulke@iap.fraunhofer.de

Interne Kooperation Intern cooperation
Dr. Jürgen Wagner
(Abt. Polymerphotochemie)
(Dep. Polymer photo chemistry)
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 60
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 60
juergen.wagner@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding
Bundesministerium für Bildung und Forschung/
VDI (Optische Technologien) FKZ: 13N9044

Kooperation Cooperation
CORRSYS 3D Sensors AG, Wetzlar;
VITRONIC GmbH, Wiesbaden;
micro resist technology GmbH, Berlin;
Technische Universität Berlin, Optisches Institut;
Institut für Dünnschichttechnologie und
Mikrosensorik e. V., Teltow;
Universität Siegen, AG Festkörperphysik;
PlasmaChem GmbH, Berlin

Künstliche Augenhornhaut

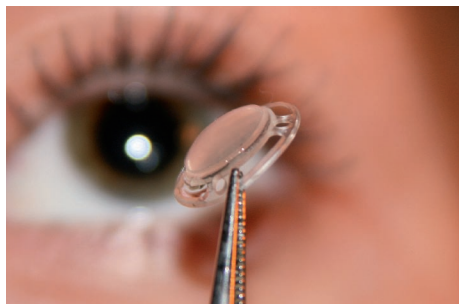


Fig. 1: Prototype of a new artificial cornea. It is made from a commercial hydrophobic copolymer, but its edges are coated with a special protein.

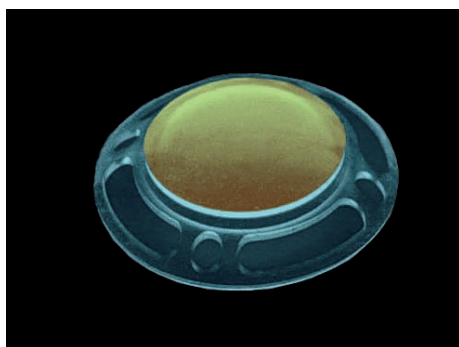


Fig. 2: The cornea's edges are coated with a special protein (colored blue). The optical center (colored yellow) remains transparent due to a hydrophilic cover that can be wetted by the tear film.

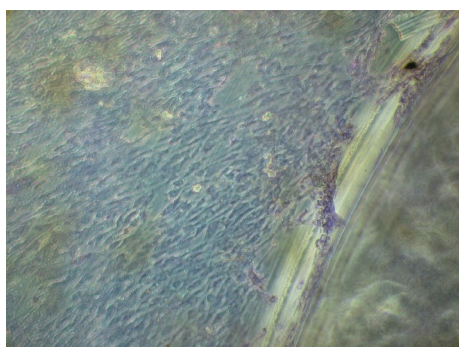


Fig. 3: In vitro cell culture test: On the haptic part, cells adhere and proliferate; the optical part stays clear (no cell adhesion).

Allein in Deutschland warten jährlich etwa 7000 Menschen auf eine neue Hornhaut, um ihr Augenlicht zu retten. Doch Spenderhornhäute sind Mangelware. Im EU-geförderten CRAFT-Projekt »CORNEA« entwickeln wir künstliche Augenhornhautimplantate, welche bereits im Labor erfolgreich getestet wurden.

Ist die Hornhaut durch angeborene Fehlbildung, vererbte Hornhauterkrankungen oder Verätzungen verletzt, droht dem Patienten die Erblindung. Einen Ausweg bietet die Transplantation einer Spenderhornhaut. Dabei wird der zentrale Teil der natürlichen Hornhaut kreisförmig entfernt, die neue Hornhaut eingesetzt und vernäht. Die Zahl der Betroffenen ist enorm: Allein in Europa hoffen jährlich 40 000 Menschen auf einen geeigneten Spender – vielfach vergeblich.

Es gibt daher bereits viele Versuche, künstliche Hornhäute für die Implantation herzustellen. Bislang jedoch mit wenig Erfolg. Zurzeit sind verschiedene Keratoprothesen den Augenchirurgen zugänglich; die Erfolgsaussichten sind jedoch unterschiedlich. Grund dafür sind die widersprüchlichen Anforderungen, die an die Hornhäute gestellt werden: Einerseits sollen sie am Rand gut an das natürliche Gewebe anwachsen, andererseits dürfen sich in der Mitte der Hornhaut keine Zellen absetzen, da dies das Sehvermögen beeinträchtigt. Bislang konnte man diese Bedingungen nicht unter einen Hut bringen.

Entwicklung biokompatibler und biointegrierbarer Oberflächen

Für die gegenwärtigen Implantate verwenden wir ein transparentes, kommerziell erhältliches Copolymerisat, welches eine große Hydrophobie aufweist. Dieses Material nimmt kein Wasser auf, ebenso zeigten biologische

Untersuchungen dass keine Zellen anwachsen. Dies ist erforderlich, damit der optische Teil des Implantats auch später transparent bleibt. Jedoch sollte der anteriore optische Teil einen hydrophilen Charakter zeigen – er sollte mit Tränenflüssigkeit benetzbar. Der Rand, auch Haptik genannt, sollte einwachsen können, um so eine feste, dichte Verbindung mit dem umliegenden Gewebe zu haben. Dies erfordert eine selektive Modifikation der jeweiligen Oberflächen auf ein und demselben Basismaterial.

Selektive Beschichtungen für bioaktive und passive Grenzflächen

Um dies zu erreichen, werden vorderer optischer Teil sowie die Haptik selektiv modifiziert. Dabei wird der Implantatrand mittels nanotechnologischer Verfahren mit einem speziellen Protein beschichtet. Dieses enthält eine spezielle, sich wiederholende Aminosäuresequenz, die von den Zellen erkannt wird. Dadurch können die Zellen der verbliebenen natürlichen Hornhaut bzw. des umliegenden Gewebes auf dem Implantat anwachsen. So verbindet sich der künstliche Teil der Hornhaut fest mit dem natürlichen Teil, während die Mitte der Hornhaut frei von Zellen bleibt. Der optische Teil erhält eine spezielle ultradünne hydrophile Polymerbeschichtung. Erreicht wird dies durch UV-Polymerisation eines Monomers an der Oberfläche; dabei entsteht ein interpenetrierendes Netzwerk, das auch physikalisch stabil ist.

In vitro-Tests bei unserem Projektpartner, der Universitätsaugenklinik Regensburg, haben bereits gezeigt, dass die entwickelten Implantate die geforderten Eigenschaften erfüllen: Zellen wachsen am Rand sehr gut an und stoppen ihr Wachstum genau dort, wo die Beschichtung aufhört. Die Linsenmitte bleibt wie gewünscht zellfrei.

Towards an artificial cornea

More than 7000 people in Germany are waiting for a new cornea. In the "CORNEA" research project co-funded by the EU, we are developing artificial corneas which have already been successfully tested under lab conditions.

A patient whose cornea is damaged due to congenital malformation, hereditary disease or corrosion is at risk of going blind. One solution is to implant a donor cornea. The central part of the natural cornea is removed in a circular fashion, and the new cornea is inserted and sutured in place. A vast number of patients are affected: Every year, 40,000 people in Europe alone hope for a donor – often in vain. Many attempts have therefore been made at producing artificial corneas, so far with greater or less success. This is due to the conflicting requirements imposed on the material. While it has to grow firmly into the natural tissue at the edge, it must not allow any cells to deposit themselves at the center of the cornea, as this would impair the patient's vision.

Development of biocompatible and biointegrable surfaces

The artificial corneas which are currently used are based on a hydrophobic copolymer which does not absorb water or allow any cells to grow on it. This is an important feature because the optical part has to stay clear and transparent to ensure good vision. However, the anterior lens should exhibit hydrophilic properties so that a tear film can adhere to it. The haptic part makes use of cell attraction – the tissue must grow in so as to provide stability and seal the wound against internal eye pressure.

Selective coatings for bioactive and passive surfaces

Using nanotechnology methods, a special protein is applied to the edge of the cornea. The cells of the natural cornea can attach to this protein, which contains a special repeating sequence of amino acids that produce a signal which triggers cornea cells to stick to it. In this way, the cornea implant can firmly connect with the natural part of the cornea, while the center remains free of cells and therefore clear. The optical front part of the implant is coated with a hydrophilic polymer via UV-initiated polymerization, resulting in a physically stable interpenetrating polymer network on the implant interface, so that it is constantly moistened with tear fluid.

Researchers working for our project partner at Regensburg University Eye Hospital have already tested these corneas under in-vitro conditions in the laboratory and found that their cells graft very well at the edge and cease growing where the coating stops. The optical center of the implant thus remains clear.

Kontakt Contact



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

Förderung Funding

EU-CRAFT FP6 Nr.: COOP-CT-2005-017905

Kooperation Cooperation

Coronis GmbH, München;
Dr. Schmidt Intraocularlinsen GmbH,
St. Augustin;
I.O. International, Croydon, UK;
PESCHKE GmbH, Nürnberg;
RHINE-TEC, Krefeld;
ROCKMED B.V., Oirschot, NL;
Augenklinik der Universität Regensburg,
Klinik und Poliklinik für Augenheilkunde,
Zentrum für Medizinische Biotechnologie,
Regensburg;
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg;
Universitätsklinik und Poliklinik für
Augenheilkunde, Halle;
Uniwersytet Medyczny w Poznaniu
Katedra i Klinika Okulistyki, Poznan, PL

Intelligente Polymermaterialien für die Biomedizin

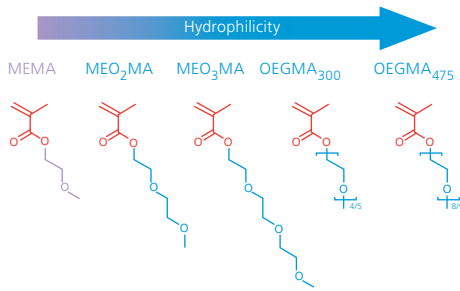


Fig. 1: Molecular structures of various oligo(ethylene glycol) methacrylates.

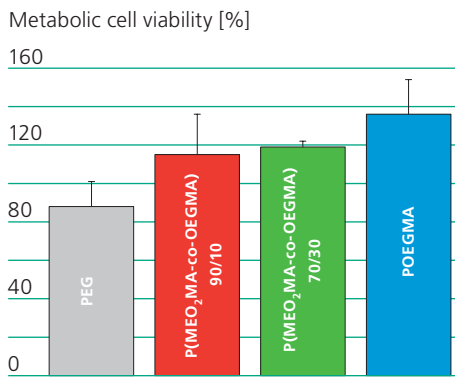


Fig. 2: Metabolic cell viability measured for HepG2 cell lines incubated at 37 °C in the presence of (left) a standard linear PEG or (middle and right) IAP non-linear PEG analogues.

Das Hauptziel unserer Forschungsgruppe besteht darin, neue intelligente Polymermaterialien für biomedizinische Anwendungen zu entwickeln. Synthetische Polymere übernehmen eine Schlüsselrolle auf verschiedenen Gebieten der modernen Medizin und Biotechnologie (z. B. Bioseparation, kontrollierte Wirkstofffreisetzung, Diagnostik, Implantate). Dennoch sind paradoxerweise bis heute nur einige wenige bekannte Polymerstrukturen (z. B. PEG, PEI, PLGA) im Life-Science-Bereich häufig benutzt worden. Vor diesem Hintergrund ist die Entwicklung neuer Generationen »biorelevanter« Makromoleküle ein extrem wichtiges Ziel.

Neue PEG-Analoga

Einen ersten wichtigen Schritt unseres Forschungsvorhabens stellt u. a. die Entwicklung moderner Derivate von Polyethylenglykol (PEG) dar. Letzteres ist zweifellos das meist untersuchte und angewandte Polymer in der Medizin und Biologie. Beispielhaft ist, dass in der Datenbank PubMed mehr als 20 000 Artikel (und wahrscheinlich ebenso viele Patente) über biomedizinische Anwendungen von PEG dokumentiert sind. Darüber hinaus ist das Polymer preiswert, neutral, wasserlöslich, biokompatibel und in manchen Fällen FDA-geprüft. Die PEG-Funktionalisierung (PEGylierung) von Biomolekülen auf synthetischen Oberflächen wird in den meisten Fällen über Koppelungsreaktionen mit endfunktionalisiertem kommerziell erhältlichen PEG durchgeführt. Solch ein synthetischer Ansatz bedingt oft den Einsatz kurzer PEG-Oligomere und ist daher nicht sehr beweglich. Eine interessante neue Alternative bei der PEGylierung beruht auf der Verwendung von polymerisierbaren Oligoethylenglykol-Makromonomeren (Fig. 1). Diese Komponenten erwiesen sich in letzter Zeit als sehr interessant für die Herstellung hochentwickelter Biomaterialien. So gelang es uns vor kurzem eine neue Klasse von PEG-Analoga zu entwickeln, welche

eine einstellbare untere kritische Entmischungstemperatur (LCST) sowohl in Wasser als auch in physiologischem Puffer aufweisen.

Diese temperatursensitiven Polymere wurden mittels Atom-Transfer-Radikal-Copolymerisation, aus einem hydrophilen langen PEG-Methacrylat und einem etwas hydrophoberen kurzen PEG-Methacrylat, synthetisiert [1-4]. Über das anfänglich eingesetzte Verhältnis der Comonomere konnte die LCST dieser Copolymere sehr genau eingestellt werden. So konnten beispielsweise durch Variation der anfänglichen Zusammensetzung der Comonomere, PEG-Analoga geschaffen werden, welche eine LCST von 37 oder 39 °C aufweisen. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass diese intelligenten Polymere biokompatibel sind, ebenso wie gewöhnliches lineares PEG (Fig. 2) [4].

Anwendungen

Daher versuchen wir, diese biokompatiblen Polymere in verschiedenen biomedizinischen Anwendungen zu nutzen: (i) Biokonjugation von Peptiden und Proteinen [5-7], (ii) Design von MRT-Kontrastmitteln [8], (iii) Synthese von PEGylierten Polykationen zur Genfreisetzung und (iv) Präparation von intelligenten Oberflächen für eine maßgebende Bioadhäsion [9]. Bezüglich der letzten Anwendung startete 2007 eine große Kooperation im Wissenschaftspark Golm. Ziel dieses interdisziplinären Netzwerkes ist es, neue Generationen bioaktiver Oberflächen zu entwickeln, welche in der Lage sind, »auf Wunsch« mit biologischen Systemen wie DNA, Proteinen oder Zellen zu interagieren. Dieses anspruchsvolle Campusprojekt basiert auf der aktiven Zusammenarbeit des Fraunhofer IAP mit dem Fraunhofer-Institut für Biomedizinische Technik IBMT und dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung und der Universität Potsdam.

Intelligent polymer materials for biomedicine

The main goal of our research group is to develop novel intelligent polymeric materials for biomedical applications. Indeed, synthetic polymers play a key role in various areas of modern medicine and biotechnology (bioseparation, controlled drug release, non-viral gene delivery, diagnostics, implants, etc.). Paradoxically, however, only a few established polymer structures (such as PEG, PEI, PLGA, PNIPAM) have been so far widely used in life science. In this context, developing new generations of 'biorelevant' macromolecules is an extremely important target, both from fundamental and industrial viewpoints.

New PEG analogues

One important axis of our research is to develop modern substitutes for poly(ethylene glycol) (PEG). The latter is undoubtedly the most widely studied and applied polymer in medicine and biology. For instance, according to the PubMed database, more than 20,000 research articles (and probably as many patents) are concerned with biomedical applications of PEG. Indeed, this polymer is cheap, neutral, water-soluble, biocompatible and moreover in some cases FDA-approved. However, the PEG functionalization (PEGylation) of the biomolecules of synthetic surfaces is in most cases obtained via coupling reactions with end-functional commercial PEG. Such a synthetic approach is often limited to rather short PEG oligomers and is therefore not very versatile. An interesting novel alternative in PEGylation relies on the use of radically polymerizable oligo(ethylene glycol) macromonomers (Fig. 1). Such compounds have recently proved to be very interesting for building advanced biomaterials. For instance, we recently developed a new class of PEG analogues which possess a predictable lower critical solution temperature (LCST) in either pure water or physiological buffers. These thermo-responsive polymers were constructed by atom transfer radical copolymerization of a hydrophi-

lic long PEG methacrylate and a more hydrophobic short PEG methacrylate [1-4]. The LCST of these copolymers could be precisely adjusted by simply tuning the initial comonomer ratio. For example, PEG analogues with a LCST of 37 or 39 °C could be easily obtained by changing the initial comonomer feed. Moreover, these smart polymers were demonstrated to be just as biocompatible as standard linear PEG (Fig. 2) [4].

Applications

Thus, we are currently evaluating the performances of these promising biocompatible polymers in various biomedical applications: (i) bioconjugation of peptides and proteins [5-7], (ii) design of biocompatible MRT contrast agents [8], (iii) synthesis of PEGylated polycations for gene delivery and (iv) preparation of smart surfaces for controlling bioadhesion [9]. In the latter case, we launched a major collaboration project at the Science Park Golm last year. The target of this interdisciplinary network is to design new generations of bioactive surfaces capable of interacting 'on demand' with biological systems such as DNA, proteins, enzymes or cells. This ambitious campus project involves active collaboration of the Fraunhofer IAP with researchers at the Fraunhofer Institute for Biomedical Engineering, IBMT and the Max Planck Institute of Colloids and Interfaces and the University of Potsdam.

Kontakt Contact

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 Funding

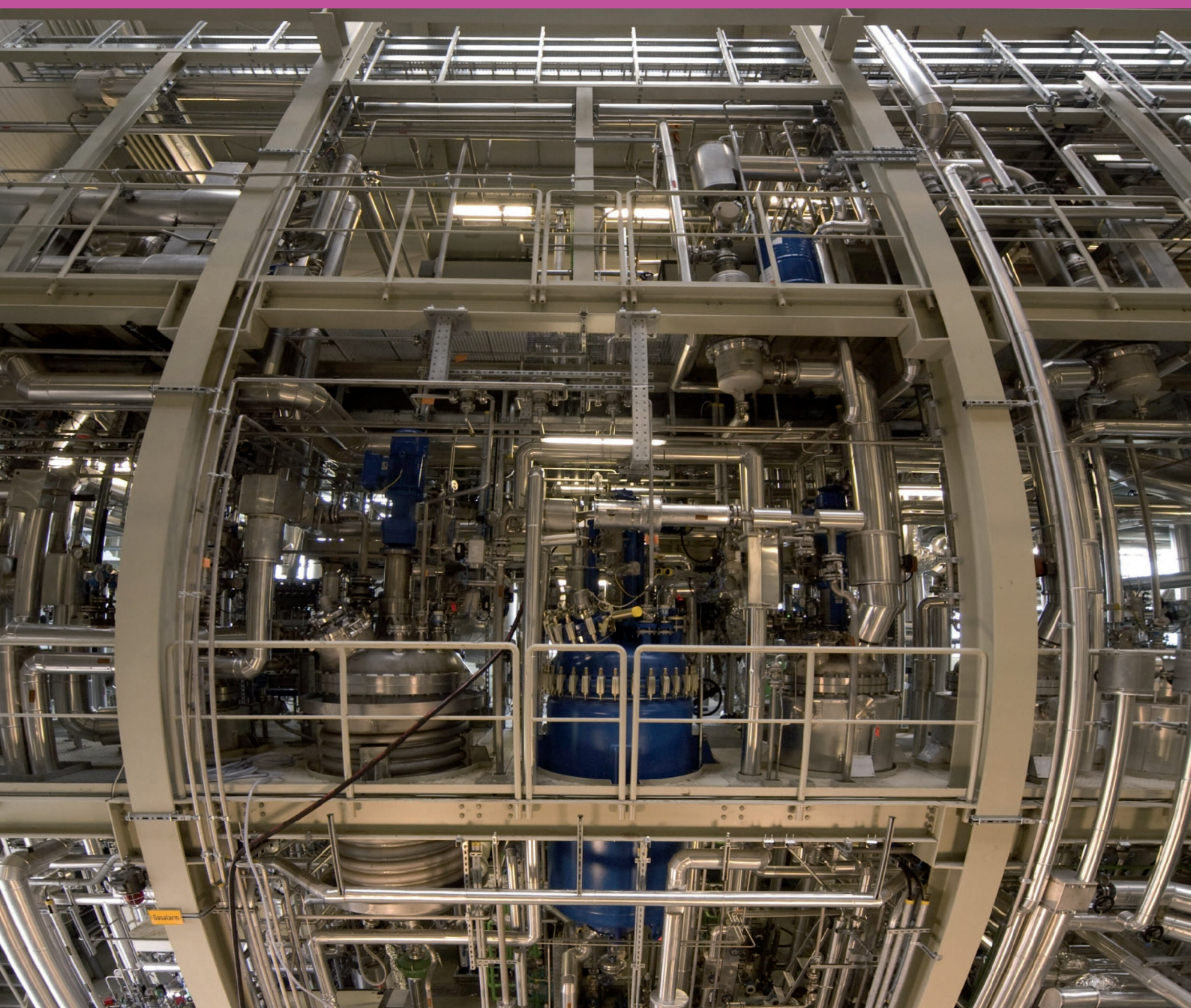
DFG (Lu 1195/1-1)
DFG (Sfb 448)
BMBF Nanochem
BMBF Gesundheitsforschung
Bayer Schering Pharma AG

Kooperation Cooperation

Max-Planck-Institut für Kolloid und Grenzflächenforschung; Universität Potsdam; Bayer Schering Pharma AG; Qiagen GmbH; Fraunhofer IBMT; Ludwig-Maximilians Universität München; Phillips-Universität Marburg

Literatur Literature

- [1] 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, 893, (2006)
- [2] J.-F. Lutz, Ö. Akdemir, A. Hoth: *Point by Point Comparison of Two Thermosensitive Polymers Exhibiting a Similar LCST: Is the Age of Poly(NIPAM) Over?*, *J. Am. Chem. Soc.*, 128, 13046, (2006)
- [3] J.-F. Lutz, K. Weichenhan, O. Akdemir, A. Hoth: *About the Phase Transitions in Aqueous Solutions of Thermoresponsive Copolymers and Hydrogels based on 2-(2-methoxyethoxy)ethyl Methacrylate and Oligo(ethylene glycol) Methacrylate*, *Macromolecules*, 40, 2503, (2007)
- [4] J.-F. Lutz, J. Andrieu, S. Üzgün, C. Rudolph, S. Agarwal: *Biocompatible, Thermoresponsive, and Biodegradable: Simple Preparation of "all-in-one" Biorelevant Polymers*, *Macromolecules*, 40, 8540, (2007)
- [5] J.-F. Lutz: *1,3-Dipolar Cycloaddition of Azides and Alkynes: A Universal Ligation Tool in Polymer and Materials Science*, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 46, 1018, (2007)
- [6] J.-F. Lutz, H. G. Börner, K. Weichenhan: *Combining ATRP and "Click" Chemistry: a Promising Platform toward Functional Biocompatible Polymers and Polymer Bioconjugates*, *Macromolecules*, 39, 6376, (2006)
- [7] J.-F. Lutz, H.G. Börner, K. Weichenhan: *"Click" Bioconjugation of a Well-defined Synthetic Polymer and a Protein Transduction Domain*, *Austr. J. Chem.*, 60, 410, (2007)
- [8] J.-F. Lutz, S. Stiller, A. Hoth, L. Kaufner, U. Pison, R. Cartier: *One-Pot Synthesis of PEGylated Ultrasmall Iron-Oxide Nanoparticles and Their in Vivo Evaluation as Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents*, *Biomacromolecules*, 7, 3132, (2006)
- [9] J. Hentschel, K. Bleek, O. Ernst, J.-F. Lutz, H.G. Börner: *Easy Access to Bioactive Peptide-polymer Conjugates via RAFT*, *Macromolecules*, in press.



Pilotanlagenzentrum Schkopau

Pilot Plant Center Schkopau

Polymertechnologie im Pilotanlagenzentrum PAZ
Polymer technology in the Pilot Plant Center PAZ

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Polyolefine
Polyolefins

Verbesserung der Energieeffizienz bei der Herstellung von Lösungskautschuk
Improving energy efficiency in the production of solution rubber

Prozessoptimierung bei der Spritzgießcompoundierung
Optimizing the injection molding compounding process

*Oben: Polypropylen – Ausgangsmaterial für faserverstärkte Bauteile.
Top: Polypropylene – basic material for fiber-reinforced components.*

*Unten: Polymersynthese im Pilotmaßstab im Fraunhofer PAZ.
Bottom: Polymer synthesis in pilot-plant level in the Fraunhofer PAZ.*

Polymertechnologie im Pilotanlagenzentrum PAZ

Das Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und -verarbeitung PAZ in Schkopau – eine gemeinsame Initiative der Fraunhofer-Institute für Angewandte Polymerforschung und für Werkstoffmechanik IWM in Halle – bearbeitet schwerpunktmäßig Fragen der Maßstabsvergrößerung von Polymersynthese- und Verarbeitungsprozessen. Sowohl die vielseitigen technischen Möglichkeiten als auch die Bündelung der Kompetenzen auf beiden Fachgebieten, stellen Alleinstellungsmerkmale des Pilotanlagenzentrums am FuE-Markt dar. Im PAZ werden neue Produkte und innovative Technologien entlang der gesamten Wertschöpfungskette entwickelt – vom Monomer über die Synthese und Verarbeitung von Polymeren bis zum geprüften Bauteil nach Maß. Dabei sind Polymersynthese und -verarbeitung eng miteinander verzahnt. Hoch spezialisierte Technologien ermöglichen die Übertragung der Prozesse in den halbtechnischen Maßstab.

Entwicklung des Fraunhofer PAZ

Das initiale BMBF-Projekt zur Schaffung eines »Fraunhofer-Demonstrationszentrums für Polymersynthesen« wurde Ende Dezember 2006 erfolgreich abgeschlossen. Es beinhaltet die Betriebsbereitschaft des Fraunhofer PAZ einschließlich des Probebetriebs und der Umsetzung von Musterprozessen. In 2007 bewilligte das BMBF ein Anschlussprojekt mit einer Förderquote von 30 Prozent und einer Laufzeit von drei Jahren. Fokus ist nunmehr, das PAZ als erfolgreiche FuE-Einheit dem bestehenden Finanzierungsmodell der Fraunhofer-Gesellschaft anzupassen. Dies erfordert das Einwerben von Drittmitteln öffentlicher Fördergeber sowie Gelder aus direkter Industriekooperation. In diesem Rahmen soll das PAZ inhaltlich auf folgende Teilaspekte ausgerichtet werden:

- Aufbau und Stärkung der zum erfolgreichen Betrieb des Pilotanlagenzentrums notwendigen Kernkompetenzen,
- Identifizierung und Bearbeitung von wissenschaftlichen Aufgabenstellungen im Zusammenhang mit dem Kampagnenbetrieb (Vorbereitung und Unterstützung),
- Vorlufforschung im Laborbereich zur Erschließung und Vorbereitung neuer Arbeitsgebiete für das Pilotanlagenzentrum und Transformation Erfolg versprechender Produkt- und Verfahrensentwicklungen in den Pilotmaßstab.

Darüber hinaus wurde im September 2007 das »Fraunhofer-Innovationscluster Polymertechnologie Halle/Leipzig« eröffnet, in dem das PAZ eine Schlüsselrolle übernimmt. Forschungseinrichtungen, Groß- und mittelständische Unternehmen im Raum Halle-Leipzig haben sich darin zum Ziel gesetzt, Innovationen aus dem Bereich Polymersynthese und -verarbeitung schneller auf den Markt zu bringen. Durch die Interdisziplinarität können einzelne FuE-Zielstellungen mit entsprechender Breite und Tiefe bearbeitet werden. Die bereits im Vorprojekt bei den Inbetriebnahmearbeiten organisierte enge Kooperation mit Unternehmen, die vorwiegend aus der Region stammen, ist Basis für eine weitere längerfristige Zusammenarbeit in den Schwerpunkten Synthesekautschuk, Polyamid, Polyester und naturfaserverstärkte Kunststoffe. Nicht nur der von der Community anerkannte hohe technische Standard der Anlagen, sondern vor allem die enorm steigende Akzeptanz der inzwischen erreichten fachlichen Kompetenzen des PAZ bei Industriekunden haben zu einem kontinuierlichen Anstieg an Kampagnenanfragen geführt.

Umsetzung von Polymersyntheseprozessen in den Pilotmaßstab

Sowohl innerhalb der Eigenforschung als auch in Industriekooperationen waren die Synthese von Polyamiden und Polyesteramiden zur Olefincopolymerisation sowie zur Herstellung und Aufarbeitung anionischer Lösungskautschuktypen Schwerpunkte im Bereich Polymersynthese. Im Bereich der FuE-Aktivitäten zu Polyamidsynthesen wurde die seit 2006 bestehende Kooperation mit dem Geschäftsbereich Engineering Plastics der Fa. DSM aus den Niederlanden auf dem Gebiet der Entwicklung neuer Hochleistungspolyamide 2007 abgeschlossen. Die in diesem Rahmen durchgeführten Untersuchungen zur Verbesserung der Raum-/Zeitausbeute, zur Optimierung der Endgruppencharakteristik der Polymere und der Reproduzierbarkeit des Verlaufs der Polykondensation waren erfolgreich. Es wurden eine Reihe technischer Änderungen an der vorhandenen technologischen Linie umgesetzt, um die Aufheiz-/Druckdestillationszyklen flexibler und schneller gestalten und damit den Erfordernissen einer hinsichtlich der Produktparameter optimalen Prozessführung entsprechen zu können.

Die Entwicklung der anlagenseitig im Mittelpunkt des PAZ stehenden Hochviskostechnologie für neue Polymersyntheseprozesse war ein Kernpunkt der Arbeiten zur anwendungsorientierten Vorlufforschung. Erwartet werden diesbezüglich neben verbesserten Produkteigenschaften auch Beiträge zur Energie sparenden und Ressourcen schonenden Herstellung von Polymeren. In diesem Zusammenhang starteten orientierende Untersuchungen (vorerst) im 2,5 L-Laborkneiter zur Nutzung dieser Technologie im Bereich der Synthese von Hochleistungspolyamiden, insbesondere unter Variation der Reaktionstemperatur im Sinne einer

kombinierten Schmelze- und Festphasenpolykondensation.

Der Fokus der Arbeiten im Bereich Synthesekautschuk lag auf der Optimierung der Fahrweise bei der anionischen Polymerisation bzgl. der Kühlung der Reaktionsansätze, bei der Optimierung der Anlagentechnik für »Sequential«-Polymerisationstechniken und bei der Umsetzung eines innovativen Verfahrens zur Gewinnung der Kautschukkrümel durch Direktverdampfung des Lösungsmittels mittels Knettechnologie. Insbesondere für die Lösung letzterer Teilaufgabe konnte das gewachsene Know-how des PAZ für technologische Entwicklungsziele nachgewiesen werden. Es wurde gezeigt, dass die Entfernung von Lösemitteln aus den bei der Polymerisation anfallenden 10- bis 20-prozentigen Kautschuklösungen, durch Restausdampfung mit Hilfe der gekoppelten Fahrweise mit den ein- und zweiwelligen Knetaggregaten, zuverlässig und reproduzierbar zu Kautschukkrümeln mit Restlösemittelgehalten von < 500 ppm führen. Neben einer verbesserten Produktqualität im Vergleich zur klassischen Aufarbeitung durch Koagulation und Strippung zeichnet sich der Schritt auch durch eine deutliche Effizienzsteigerung aus. Der Energiebedarf des Gesamtprozesses wird damit um 67 Prozent gesenkt.

Innerhalb eines gemeinsam mit der Dow-Olefinverbund GmbH und der LIST AG gestalteten Workshops zur Problematik »Direkteindampfung von Kautschuklösungen«, wurde der Prozessschritt mit einem Demonstrationsversuch im Pilotanlagenzentrum im Juni 2007 weltweit zum ersten Mal in diesem Maßstab mit großem Erfolg präsentiert. Unter den über 50 Teilnehmern aus Nordamerika, Asien und Europa befanden sich alle weltweit führenden Reifenhersteller – das Interesse für diesen Workshop war damit deutlich höher als erwartet.

Optimierung der Compoundierprozesse von Naturfaser/Thermoplast-Kompositen

Im Bereich Verarbeitung standen Naturfaser/Thermoplast-Verbunde im Mittelpunkt der Arbeiten. Es wurden intensive Untersuchungen zur Faserzufuhr von Celluloseregenerat-Schnittfasern im Compoundierprozess am Doppelschneckenextruder ZE40A-UTX (KraussMaffei Berstorff GmbH) im Produktionsmaßstab durchgeführt. Celluloseregeneratfasern (CRF) besitzen eine sehr geringe Schüttdichte und die Stapelfaserbündel neigen aufgrund ihres weichen Charakters bei Bewegungen gegeneinander zum Aufbauschen. Somit wird die Einbringung von hohen Fasermengen in den Extruder erschwert. Durch eine Faserzufuhr über eine konventionelle zweiwellige Seitenfüttereinrichtung, welche die Fasern seitlich in den Extruder fördert, ist der Faserdurchsatz nach oben hin stark begrenzt. Es wurden Maximaldurchsätze von ca. 8,5 kg/h ermittelt. Für eine deutlich verbesserte Fasereinbringung in den Extruder wurde eine neuartige Faserzufuhreinrichtung entwickelt und patentiert. Hierbei handelt es sich um eine Art Bandförderanlage, welche zusätzlich durch ein Zweischneckensystem unterstützt wird und die Fasern von oben in den Zwickelbereich der beiden Schnecken des Extruders einbringt. Der Maximaldurchsatz der CRF konnte mittels dieser Technologie auf ca. 60 kg/h angehoben werden, was für eine industrielle Verarbeitung von großem Interesse sein dürfte. Für die Compoundierung unterschiedlicher Holzfasernstoffe mit PP und PE wurden für sehr hohe Füllstoffgehalte von bis zu 60 Prozent Holz systematische Untersuchungen zum Extruderaufbau und zur Optimierung der Haftvermittleranteile und -typen durchgeführt. Die Anpassung der jeweiligen Zylinder- und Schneckenkonfiguration und die Mischintensität sind entschei-

dende Kenngrößen, die die Qualität der Komposite bestimmen. Die Anbindung des Holzfasernstoffes an die Matrix wird durch Haftvermittlertyp und -anteil beeinflusst, was sich in deutlich differierenden mechanischen Kennwerten der WPC (Wood Plastic Composite)-Materialien widerspiegelte.

Polymer technology in the Pilot Plant Center PAZ

The Fraunhofer Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing PAZ in Schkopau is a joint initiative of the Fraunhofer Institutes for Applied Polymer Research IAP and for Mechanics of Materials IWM in Halle. It carries out polymer processing with an emphasis on scaling up the polymer synthesis process. Equipped with wide-ranging technical facilities reflecting on various polymer synthesis processes and plastics processing technologies, the center enjoys a unique selling position on the R&D market. New products and innovative technologies along the entire value chain are developed at the PAZ – from monomers through synthesis and processing of polymers to tested components. Polymer synthesis and processing are closely linked in this work. Highly specialized technologies enable the processes to be transferred to pilot plant scale.

Development of the Fraunhofer PAZ

The initial BMBF project, which set out to create a "Fraunhofer demonstration center for polymer synthesis", was successfully completed in December 2007. Its objective was to achieve operational readiness of the PAZ including test runs and the realization of sample processes. In 2007 the BMBF approved a 30 percent grant for a follow-up project to run for three years. The intended aim is to develop the PAZ into a successful R&D unit that will operate on the existing financing model of the Fraunhofer-Gesellschaft, which is characterized by comparable percentages from fundamental financing, public project funds and contract research with industrial enterprises. This goal is to be attained by focusing the Pilot Plant Center on the following topics:

- Building up and strengthening the core competences that are necessary

for successful operation of the Pilot Plant Center

- Identifying and working on scientific tasks in connection with customer campaigns (technological adaptations, preparation and assistance)
- Fundamental lab research for opening new tasks and transforming promising products or process developments to the pilot scale.

With an additional grant within the "Fraunhofer Innovation Cluster Polymer Technology Halle/Leipzig" approved and started at the end of last year, excellent conditions have been created for working in joint research alliances with universities and industrial partners in the fields of rubber technology, nano-reinforced materials and biopolymers. The recent close cooperation with industrial companies in the commissioning phase is the basis for further long-term collaboration on topics such as synthetic rubber, polyamide, polyester and reinforced plastics. Not only is the high technical level of the plants firmly acknowledged by the community, but the enormously increased acceptance of the PAZ' expertise in the field of scale-up at customer premises has also led to a steady growth in campaign inquiries.

Transfer of polymer synthesis processes on the pilot scale

In the area of polymer synthesis, projects within the industrial research collaboration and the Center's own fundamental development work focuses on topics relating to the synthesis of polyamides, polyester amides and polyolefines and the synthesis and finishing of solution rubber types. The activities in the field of polyamide synthesis are reflected in various items. Novel high-performance plastics continued to be developed in cooperation with the engineering plastics division

of the Dutch company DSM. Investigations with the aim of the improving the efficiency of the process or in optimizing the poly condensation in respect to the end group characteristics were successfully completed. The reproducibility of the course of the poly condensation was also successfully proved. The process improvements were achieved by implementing certain technical changes in the technological line employed in order to make the heating and distillation cycles faster and more flexible.

Also integrated in our polyamide synthesis activities were investigations on the use of kneading as a key technology. This specialized technique is incorporated in the pilot plant as a central process technology within the high-viscosity section and also in the laboratory. Investigations on the synthesis of high output polyamides by combined melt and solid-state poly condensation with corresponding variation of the reaction temperature in the condensation steps in our 2.5 L lab kneader led to improved material properties in the polymers. Besides yielding improved product properties, the use of this technology can also be expected to contribute to energy- and resource-saving production.

Our work in the field of synthetic rubber succeeded in optimizing the anionic solution polymerization process with respect to the cooling technology of the reaction mixture as well as improving the equipment for implementing sequential polymerization technologies. In collaboration with Dow researchers and with the support of technicians from the Swiss company LIST AG, which provided the kneading technology, an innovative process was devised for isolating rubber crumbs by direct evaporation of the solvent using the combination of the single and twin screw kneaders. This development made it possible to demonstrate the

accumulated know-how of the PAZ in the field of process development. It was shown that removing the solvent from the rubber solution with a polymer content between 10 and 20 percent resulted in the polymerization process becoming reproducible and reliable. The residual content of the solvent in the crumbs was found to be lower than 500 ppm. Besides an improved product quality in comparison with the products resulting from the conventional finishing method using coagulation and stripping followed by a classical drying technology, the process is characterized by a distinctive increase in efficiency. The energy consumption of the overall process was reduced by 67 percent.

The process step finishing was demonstrated on a pilot plant scale for the first time in the world in connection with an international workshop on the direct evaporation processes in polymer synthesis held at the Fraunhofer Pilot Plant Center in June 2007. The workshop was jointly organized with our partners. With more than 50 participants from all the world's leading tire and rubber producing enterprises in North America, Asia and Europe, the workshop attracted far greater interest than its organizers had expected.

Improvement of the compounding process of natural fiber/thermoplastic composites

Natural fiber/thermoplastic composites were the center of attention at the PAZ of polymer processing. Intensive investigations on the feeding of regenerated cellulosic fibers to a co-rotating twin screw extruder ZE40A-UTX (KraussMaffei Berstorff GmbH) during the compounding process were conducted. Regenerated cellulosic fibers (CRF) have a very low mean density, and because of their smart character the bundles of

staple fibers tend to fluff up if moved against one another. This makes it very difficult to feed high fiber masses into the extruder. Feeding by a conventionally double screw side feeder, which aligns the fibers parallel to the extruder, limits the maximum throughput to 8.5 kg/h. The feeding process is significantly improved by novel fiber feeding device which has now been developed and patented. It is a type of conveyor belt assisted by a double screw system, which brings the fibers top down to the pendentive area of the screws in the extruder. With the aid of this technology, the maximum throughput of the CRF increased to approximately 60 kg/h, which is of great interest in terms of industrial processing.

For compounding different wood fibers and PP or PE with high filling rates containing up to 60 percent wood fibers, systematic investigations of the extruder configuration were carried out, as well as investigations of the coupling agent percentages and type of coupling agent. It was established that when compounding wood fibers of different particle sizes using the thermoplastic mold, the specific cylinder and screw configuration has to be set up. Also, in the case of very high filling rates, an intensive mixing process is necessary. The adhesion of the wood fiber to the matrix is influenced by the type of coupling agent and its percentage. This is reflected in the widely varying mechanical properties of the WPC (wood plastic composite).

Anwendungen und Dienstleistungen

Leistungsangebot

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

Pilotanlage-Synthese

Ausrüstung

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

Designparameter der Synthesereaktoren

- Reaktorvolumina: 40 bis 650 L
- Betriebsdruck: -1 bis 100 bar
- Betriebstemp.: -25 bis 350 °C
- Durchsatz: 5 bis 100 kg/h
- Endviskositäten: bis 40 000 Pas

Pilotanlage – Verarbeitung

Technische Parameter der Verarbeitungsmodulare

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

Ausrüstung

- Injection Molding Compounder KM 1300 – 14000 IMC (Schließkraft 1 300 Tonnen)
- gleichlaufende parallele Doppelschneckenextruder unterschiedlicher Größe ZE 40
- Spritzgießmaschine KM 200 (Schließkraft 200 Tonnen)

Applications and services

Services provided

- development and adaptation of polymer systems on a laboratory scale and scale-up to pilot-plant level (up to a reactor volume of 500 L)
- technological optimization of polymerization processes
- contract syntheses: production of small lots and test batches
- development of polymer compounds
- testing and optimization of compounding and processing methods
- characterization of material structure and correlation with 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)
- gas-phase hydrogenation reactor

Design parameters of synthesis reactors

- reactor volume: 40 to 650 L
- operating pressure: -1 to 100 bar
- operating temperature: -25 to 350 °C
- throughput: 5 to 100 kg/h
- final viscosities: up to 40,000 Pas

Pilot-plant processing

Technical parameters of the processing modules

- Shot weight: 50 g to 5 kg
- Injection molding with second component
- In-mold lamination (backmolding) possible
- Compounding up to 400 kg/h

Equipment

- Injection molding compounder KM 1300 – 14 000 IMC (clamping force 1300 tonnes)
- Co-rotating twin-screw extruders ZE 40
- Injection molding machine KM 200 (clamping force 200 tonnes)

Kontakt Contact



Forschungsbereichsleiter
Division director

Pilotanlagezentrum Schkopau
Pilot Plant Center Schkopau
Dr. Mathias Hahn
Telefon: +49 (0) 331 / 568-13 20
Fax: +49 (0) 331 / 568-30 00
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de

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

Synthese
Synthesis
Dr. Ulrich Wendler
Telefon: +49 (0) 34 61 / 25 98-2 10
ulrich.wendler@iap.fraunhofer.de

Verarbeitung
Processing
Dipl.-Ing. Peter Stache
Telefon: +49 (0) 34 61 / 25 98-321
peter.stache@iap.fraunhofer.de

Polyolefine

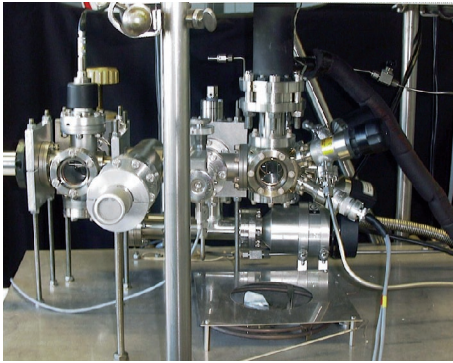


Fig. 1: High pressure sorption balance at TU-Berlin.

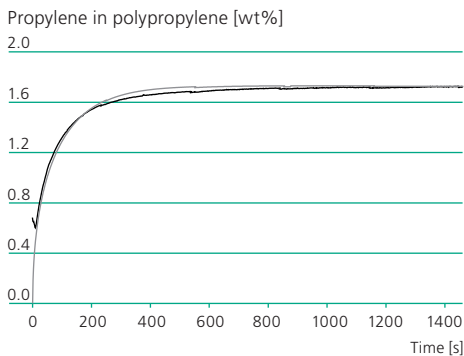


Fig. 2: Example sorption propylene in polypropylene at 70 °C and 10 bar – measurements (black) and calculation (grey).

Polyolefine sind mit einer jährlichen weltweiten Produktionskapazität von über 110 Millionen Tonnen nach wie vor die Kunststoffe mit dem größten Produktionsvolumen. Das Arbeitsgebiet Polyolefine wird am Pilotanlagenzentrum in Schkopau bearbeitet und ist ein neues Betätigungsfeld für das Fraunhofer IAP.

Sorption und Diffusion von Propylen und Ethylen in heterophasischen Polypropylen-Copolymeren

Heterophasische Polypropylen-Copolymere sind kommerziell wichtige Produkte, die zumindest in zweistufigen Verfahren hergestellt werden. In einer ersten Stufe wird ein Matrixmaterial, entweder Polypropylen Homopolymer oder ein Random-Copolymer, hergestellt. In der zweiten Stufe wird ein elastomeres, ethylenreiches Copolymer produziert, das nicht mit dem Matrixmaterial mischbar ist. Die elastomere Phase erhöht die Schlagzähigkeit und Biegesteifigkeit des Materials.

Die elastomere Phase wird üblicherweise durch Gasphasenpolymerisation hergestellt. Dabei findet die Reaktion an den aktiven Zentren des Katalysators in den Polymerpartikeln statt. Die Reaktionspartner müssen aus der umgebenden Gasphase absorbiert und durch das Polymerpartikel zum aktiven Zentrum des Katalysators transportiert werden. Daher sind die Gaslöslichkeiten und der Stofftransport im Polymer von Bedeutung, sowohl für die Polymerisationskinetik als auch für das Entgasen nach der Polymerisation.

In einem Projekt mit der Fa. SABIC Europe B.V. und der Technischen Universität Berlin wurden Sorption und Diffusion von Ethylen und Propylen in heterophasischen Polypropylen-Copolymeren untersucht.

Die Sorptionsexperimente wurden an verschiedenen Polypropylen-Pulverproben mit unterschiedlichem Elastomergehalt in einer Hochdruck-Sorptionswaage (Fig. 1) bei 10 bar und 70 °C durchgeführt.

Die gemessenen Gleichgewichtslöslichkeiten lassen sich gut mit dem Elastomergehalt der Proben korrelieren. Die Löslichkeiten von Ethylen und Propylen in der elastomeren Phase unterscheiden sich leicht von den Löslichkeiten in der amorphen Phase des Homopolymers. Hingegen unterscheidet sich das Verhältnis der Gleichgewichtslöslichkeiten (Ethylen zu Propylen) in der elastomeren Phase signifikant von dem der amorphen Phase des Matrixmaterials. Dies kann für den Einbau von Ethylen in der elastomeren Phase bedeutsam sein.

Aus dem Anstieg der Sorptionskurven können effektive Diffusionskoeffizienten als Maß zur Quantifizierung des Stofftransports bestimmt werden. Es wurden keine signifikanten Unterschiede in den Diffusionskoeffizienten von Ethylen und Propylen und nur eine leichte Zunahme der effektiven Diffusionskoeffizienten mit zunehmenden Anteil der elastomeren Phase beobachtet. Aus vergleichenden Messungen an gesiebten Pulverfraktionen unterschiedlicher Partikelgröße und an verpressten, porenfreien Polymermembranen konnte nachgewiesen werden, dass die effektive Diffusionslänge nicht dem Partikelradius entspricht, sondern für die mehr als 40 vermessenen Proben erstaunlicherweise nahezu konstant in der Größenordnung von 120 bis 130 µm, also zwischen Makro- und Mikropartikelradius, liegt. Der Einfluss der Partikelgröße auf den Stofftransport ist somit deutlich schwächer ausgeprägt als durch klassische Partikelmodelle zu erwarten wäre.

Polyolefins

With an annual worldwide production of more than 110 million metric tons, polyolefins are still the plastic materials with the largest production volume. Polyolefins are studied at the Polymer Pilot Plant Center in Schkopau and are a new field of work for the Fraunhofer IAP.

Sorption and diffusion of propylene and ethylene in heterophasic polypropylene copolymers

Heterophasic polypropylene copolymers are products of commercial importance which are manufactured in processes comprising at least two stages. The first stage involves producing either a polypropylene homopolymer or a random copolymer. An ethylene-rich, rubber-like copolymer is formed in the second stage. The rubber phase improves the high-impact strength and toughness of the material.

The rubber phase is usually produced by gas phase polymerization, in which the reaction takes place at the active sites of the catalyst within the polymer particles formed. The reaction partners have to be absorbed from the surrounding gas phase and transported through the polymer particle to the active site of the catalyst. Hence, gas solubilities and mass transfer in the polymer particles are important, both for polymerization kinetics and for polymer degassing after polymerization.

The sorption and diffusion of ethylene and propylene in heterophasic polypropylene copolymers has been studied in a joint project by SABIC Europe B.V. and the Technical University of Berlin. Sorption experiments with various polypropylene powder samples of different rubber content have been carried out in a high-pressure sorption balance (Fig. 1) at 10 bar and 70 °C.

The equilibrium solubilities measured can be well correlated with the rubber content of the polymer samples. The solubility of ethylene and propylene in the rubber phase differs only slightly from that in the amorphous fraction of the homopolymer. However, the ratio of equilibria concentrations (ethylene to propylene) differs significantly between the rubber phase and the amorphous fraction of the matrix material. This can be important for incorporating ethylene into the rubber phase.

Effective diffusion coefficients as a measure for quantification of mass transfer can be determined from the gradient of monomer uptake. No significant differences between the diffusion of ethylene or propylene and only a slight increase in the effective diffusion coefficients with increasing rubber content have been observed.

Comparative measurements of sieved powder samples with different particle sizes and of compressed, pore-free polymer membranes proved that the particle radius was not the effective length of diffusion for polymerizing particles. Surprisingly, for more than 40 measured samples, the effective length of diffusion is nearly constant in the range of 120 to 130 μm , between the macro- and microparticle radius. Hence, the influence of particle size on mass transfer is significantly less important than indicated by classical particle models.

Kontakt Contact



Prof. Dr.-Ing. Michael Bartke
Telefon: +49(0)3461/25 98-1 20
Fax: +49(0)3461/25 98-1 05
michael.bartke@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Sabic Europe B.V.,
Geleen, The Netherlands

Kooperation Cooperation

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg,
Institut für Chemie, AG Polymerisationsreaktionstechnik, Halle;
Technische Universität Berlin, Institut für Technische Chemie, AG Polymerisationstechnik, Berlin

Literatur Literature

[1] M. Bartke, S. Kröner, A. Wittebrock, K.-H. Reichert, I. Illiopoulos, Ch. J. Dittrich: *Sorption and diffusion of propylene and ethylene in heterophasic polypropylene copolymers*, Macromol. Symp., 259, 327–336, (2007)

Verbesserung der Energieeffizienz bei der Herstellung von Lösungskautschuk



Fig. 1: LIST single screw kneader.



Fig. 2: LIST double screw kneader.

Die Produktion von Kautschuk mittels anionischer Polymerisation ist gegenüber der herkömmlichen Emulsionspolymerisation ein sehr anspruchsvoller Prozess. Trotz der hier anfallenden höheren Kosten (größere Anforderung an die Reinheit der Ausgangs- und Hilfsstoffe) haben sich Gummiprodukte, welche auf Lösungskautschuk basieren, aufgrund ihrer überlegenen Eigenschaften in vielen Anwendungsgebieten durchgesetzt.

Den dabei notwendigen Energiebedarf für die Herstellung kann man vereinfacht in drei Komplexe unterteilen: ein Fünftel bei der eigentlichen Polymerisation und je zwei Fünftel bei der Trennung Polymer/Lösungsmittel bzw. bei dem Recyceln der Lösungsmittel für die großtechnisch durchgeführte geschlossene Kreislauffahrweise. Somit werden mehr als drei Viertel der benötigten Energie außerhalb der eigentlichen Polymerisation aufgewendet.

Direktverdampfung als Alternative zur herkömmlichen Separationstechnologie

Die am Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum in Schkopau eingesetzte Knettechnik ermöglicht als ein wesentlicher Teil der modernen Lösungspolymerisationslinie sowohl das Ersetzen der bisherigen Technologie der Abtrennung Polymer/Lösungsmittel mit Hilfe der Koagulation/Strippung wie auch den direkten Vergleich durch die Parallelinstallation beider Verfahren.

Herkömmlich wird mit Hilfe der Dampfergie das Lösungsmittel in die Gasphase überführt, der Kautschuk fällt als wässrige Krümel suspension an, wird danach abfiltriert und anschließend getrocknet.

Mit der innovativen Direktverdampfungs-Technologie kann das Lösungsmittel im Gegensatz dazu »direkt« vom

Produkt abgezogen werden, man erhält Lösungsmittel freie Kautschukkrümel ohne Umweg über die Wasserphase.

Durch diese neue Technologie ist es gelungen, den Energiebedarf bei der Abtrennung des Kautschuks um mehr als 75 Prozent zu senken. Die zur Verdampfung des Lösungsmittels notwendige Energie wird überwiegend über die Friktion in das System eingebracht, wobei beim Kautschuk auf eine äußerst schonende Temperaturführung geachtet werden muss. Durch Anlegen von Vakuum kann die Temperatur so niedrig gehalten werden, dass die Temperatur sensitiven Doppelbindungen des Kautschuks nicht geschädigt werden. Die Herzstücke dieser Technologie sind zwei Ein- (Fig. 1) und Doppelwellenkneiter (Fig. 2), die zusammen mit der LIST AG (Schweiz) neu entwickelt und in Reihe geschaltet wurden. Diese sorgen mit der ständigen Oberflächenerneuerung und einer damit optimierten Zugänglichkeit des Vakuums an die Phasengrenze dafür, dass eine sehr schnelle und weitgehende Entgasung erreicht wird. Durch die Vermeidung von (Wasser-) Dampf wird zugleich die Zahl der Aufarbeitungsschritte bei der Rückgewinnung des Lösungsmittels deutlich reduziert, was den Recycling-Prozess stark vereinfacht.

Hochviskositäts-Technologie als innovative Polymerisationstechnologie

Die genannten Vorteile der Knettechnik lassen sich neben den Entgasungsprozessen auch bei eigentlichen Polymerisationen wie bei der Polykondensation sehr effektiv einsetzen. Neben der sehr effizienten Oberflächenerneuerung sind hier auch die behandelbaren Schmelzeviskositäten (bis zu 40 000 Pas) ein deutlicher Vorteil gegenüber der herkömmlichen Reaktionstechnik.

Improving energy efficiency in the production of solution rubber

Compared with traditional emulsion polymerization, the production of rubber via anionic polymerization is an ambitious process. Despite the higher cost (depending on the degree of purity required for the educts and solvents), anionic polymerization (solution rubber) products are successful in many fields of application because of their better performance.

In general, the energy requirements for the process can be split into three parts: one fifth for polymerization and two fifths each for separating the polymer from the solvent and for recycling the solvent in the cyclic production process. In summary, more than three quarters of the energy is used outside the actual polymerization process.

Direct evaporation as an alternative to conventional separation

Using the kneading technology at the Fraunhofer Pilot Plant Center in Schkopau as an essential part of the anionic polymerization line, there are two possibilities – substitution of the conventional technique coagulation/striping or direct comparison by means of parallel installation of both separation processes.

Conventionally, water steam energy is used for transforming the solvent into the gaseous phase. The crumbs of rubber floating in the water phase are subsequently filtrated and dried.

Using the new technology, the solvent is separated 'directly' from the polymer solution by direct evaporation. Dry crumbs are obtained without a detour via the water phase.

This kneading technique made it possible to save more than 75 percent of the energy required for the separation step. The energy for the evaporation of the solvent comes predominantly from the

friction produced by the kneading elements. It is very important to control the temperature regime in this case because of the sensitive double bonds in the rubber. A vacuum operation mode makes it possible to achieve a very moderate temperature profile without damaging the polymeric structure in any way.

At the core of this process are two lined-up single (Fig. 1) and double screw kneaders (Fig. 2) which were developed in cooperation with LIST AG of Switzerland. They permit permanent regeneration of the surface, resulting in very fast and complete degassing of the rubber.

Furthermore, because the water vapor stage is eliminated, the subsequent recycling process for the separated solvent is significantly facilitated due to the lower number of processing steps.

High-viscosity technique for innovative polymerization technologies

The advantages of the kneading technique can be applied for polymerization processes such as polycondensation too. Besides the very efficient surface regeneration, these kneaders can handle a melting viscosity of up to 40,000 Pas. The outstanding power-to-volume ratio in the kneaders is a major benefit compared to the traditional reaction technique.

Kontakt Contact



Dr. Ulrich Wendler
Telefon: +49 (0) 3461 / 25 98-2 10
Fax: +49 (0) 3461 / 25 98-1 05
ulrich.wendler@iap.fraunhofer.de

Kooperation Cooperation
LIST AG, Arisdorf, Schweiz

Prozessoptimierung bei der Spritzgießcompounding

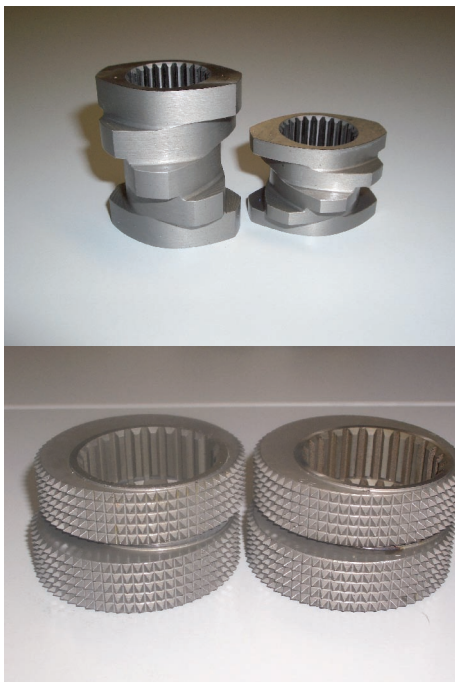


Fig. 1: Kneading and comb elements.

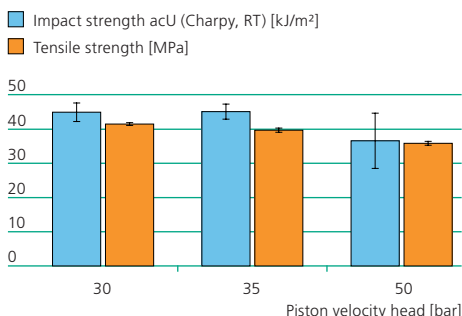


Fig. 2: Impact strength and tensile strength of high density polyethylene (HDPE) with 10% regenerated cellulose fiber (CRF) as function of piston velocity head.

Die Herstellung Celluloseregeneratfaser (CRF) verstärkter thermoplastischer Bauteile auf einem Spritzgießcompounder (IMC, injection molding compounder) stellte im Rahmen eines FuE-Projekts ein Schwerpunktthema in der Polymerverarbeitung im PAZ dar.

Organische Chemiefasern besitzen eine geringe Dichte und im Verbund, beispielsweise mit einem Thermoplast, sehr gute mechanische Eigenschaften wie Schlagzähigkeit und Zugfestigkeit. Dadurch können sie in bestimmten Anwendungen Verstärkungsmaterialien wie Glasfasern bei verringertem Gewicht ersetzen. Zudem ermöglicht die Verarbeitung am IMC eine geringere thermische und mechanische Beanspruchung der Fasern sowie Energiekostensparnisse.

Der Einfluss der IMC-Verfahrensparameter auf das mechanische Eigenschaftsprofil wurde anhand des Thermoplasten HDPE (high density polyethylene) untersucht, in den 10 Prozent CRF und 2 Prozent Haftvermittler eingearbeitet wurden.

Grundlagenuntersuchungen zur Einbringung und Dispergierung der 4 mm langen CRF-Schnittfasern in das HDPE wurden an einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder ZE40A-UTX der Firma KraussMaffei Berstorff GmbH durchgeführt. Nach Ermittlung geeigneter Faserdosierung, -zuführung und Schneckenkonfiguration wurden die Maschinenparameter auf die des IMC aufskaliert.

Schneckenkonfiguration und -elemente haben einen signifikanten Einfluss auf die Dispergierung der Fasern im Matrixpolymer. Die in der Literatur zur Einarbeitung von Naturfasern als vorteilhaft beschriebenen Kämmelemente zeigen allerdings nicht den gewünschten Effekt. Erheblich bessere Dispersionen werden mit Knetblöcken mit erhöhtem Schereintrag erreicht (Fig. 1).

Variation der IMC-Prozessparameter

Entscheidende IMC-Prozessparameter wie Zylindertemperaturprofil, Einspritzgeschwindigkeit, Kolbenstaudruck im Einspritzaggregat und Werkzeugwandtemperatur wurden systematisch variiert. Die spritzgegossenen Bauteile wurden hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften (Zug/E-Modul, Zugfestigkeit, Charpy/Schlagzähigkeit) charakterisiert.

Temperatur

Eine Zylindertemperatur zwischen 180 und 185 °C erscheint optimal. Allerdings haben weder Zylinder- noch Werkzeugwandtemperatur einen wesentlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Bauteils.

Kolbenstaudruck, Einspritzgeschwindigkeit

Die größte Beeinflussung der Kennwerte erfolgt durch die Variation des Kolbenstaudruckes (Fig. 2) und der Einspritzgeschwindigkeit. Mit Erhöhung beider Parameter steigt der Schereintrag, wodurch die Fasern stark mechanisch und thermisch beansprucht werden. Aufgrund dessen ist eine Verkürzung der Faserlänge anzunehmen, zum anderen resultiert eine einsetzende thermische Degradation.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass in Abhängigkeit der Prozessparameter Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften von CRF/HDPE-Verbunden von 25 Prozent und mehr entstehen können. So verbessern ein reduzierter Kolbenstaudruck von 30 bis 35 bar und eine mittlere Einspritzgeschwindigkeit von 30 bis 40 mm/s die mechanischen Eigenschaften des CRF/HDPE-Verbunds wesentlich. Das Material wird schlagzäher und zugfester zugleich. Um diese vorteilhafte, wirtschaftliche Variante der Verarbeitung von CRF verstärkten Thermoplasten für industrielle Prozesse zugänglich zu machen, finden derzeit weiterführende Arbeiten zur Optimierung des Verfahrens statt.

Optimizing the injection molding compounding process

This research and development project at a pilot facility for polymer processing involved the manufacturing of regenerated cellulosic fiber (CRF) reinforced thermoplastic parts using direct processing at an injection molding compounder (IMC).

Organic fibers have a low density and compounded with a thermoplast, for instance, demonstrate very good mechanical properties, such as impact and tensile strength. So in certain applications, they can substitute other reinforcing materials such as glass fibers, but offer the advantage of lower weight. Additionally, processing by the IMC enables a lower thermal and mechanical stress of the fibers as well as a reduction in energy costs.

The influence of the IMC processing parameters on the mechanical property profile was examined with the thermoplastic HDPE (high-density polyethylene), which was mixed with 10 percent CRF and 2 percent coupling agent.

In-depth tests were performed using a co-rotating twin screw extruder, the ZE40A-UTX by KraussMaffei Berstorff GmbH, for feeding and dispersing the 4-mm-long fibers within the matrix. After determining the appropriate fiber dosage and feeding as well as a suitable screw design, the machine parameters were scaled up to that of the IMC.

Screw design and the mixing elements significantly influence the dispersion of the fibers in the matrix. The comb elements, which were described in the literature as being effective for processing of natural fibers, do not show the desired effect. Considerably better dispersion is observed using kneading elements with a higher shear rate (Fig. 1).

Variation of IMC process parameters

Crucial IMC process parameters such as the temperature profile, the injection speed, the piston velocity head in the injection unit and the mould temperature were varied systematically. Subsequently, the injection-molded components were distinguished with regard to their mechanical properties (modulus of elasticity, tensile strength at yield, Charpy impact strength).

Temperature

A processing temperature of 180 to 185 °C seems optimal. However, the processing temperature and the mold temperature do not have a significant effect on the mechanical properties of the building blocks.

Piston velocity head and the injection speed

The greatest impact on the mechanical values is observed when varying the piston velocity head (Fig. 2) and the injection speed. Increasing both parameters also increases the shear rate, which in turn applies thermal and mechanical stress to the fibers. One can assume that the fiber length decreases and thermal degradation begins.

In summary, differences in the mechanical properties of CRF/HDPE composites can be greater than 25 percent depending on the process parameters.

A reduced piston velocity head of 30 to 35 bar and a medium injection speed of 30 to 40 mm/s enhance the mechanical properties of CRF/HDPE composites. The material's impact resistance and tensile strength is improved. In order to make use of this advantageous, economic alternative to processing CRF-reinforced thermoplastics for industrial processes, further work is currently being done to optimize the method.

Kontakt Contact



Ivonne Jahn
Telefon: +49 (0) 34 61 / 25 98-3 24
Fax: +49 (0) 34 61 / 25 98-1 05
ivonne.jahn@iap.fraunhofer.de

Michael Busch
Telefon: +49 (0) 34 61 / 25 98-3 10
Telefon: +49 (0) 3 45 / 55 89-1 11
Fax: +49 (0) 34 61 / 25 98-1 05
michael.busch@iwmh.fraunhofer.de

Literatur Literature

[1] I. Jahn: *Untersuchungen zur Korrelation zwischen den technologischen Parametern und den mechanischen Eigenschaften von mittels Injection Molding Compounder (IMC) hergestelltem, Celluloseregeneratfaser verstärktem Polyethylen*, Diplomarbeit, Fraunhofer PAZ Schkopau, (2007)

Coopoly Mehrfach-Anbieter

Laborausstattung Wissenschaftliche
equipment Scientific coope
Patente Zusammenarbeit Ereignisse
ZusammenarbeitPräsentations-
Präsentationen
Graduierungsarbeiten Präsentationen
Events und Publikationen Patente
Theses Presentations and publications Pa-
Presentations Wissenschaftliche
Publikationen Laboratory equipment
Zusammenarbeit Ereignisse
scientific cooperation Events Theses Presen
Graduierungsarbeiten Präsentationen
tations and publications Patents Ereignisse

Namen, Daten, Ereignisse

Names, data, events

LaboraAusstattung

Laboratory equipment

Graduierungsarbeiten

Theses

Wissenschaftliche Zusammenarbeit

Scientific cooperation

Ereignisse

Events

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

Patente

Patents

Anreise

How to reach us

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
- Online-Raman-Spektrometer

Physikalisch-chemische Charakterisierung von Polymerlösungen

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

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)
- Rasterkraftmikroskop
- Fluoreszenzmikroskop mit CCD-Kamera
- Elektronenspektrometer zur chemischen Analyse (ESCA)
- Lichtmikroskop
- Automatisches Kontaktwinkelmesssystem
- Geräte zur thermischen Analyse
- Reaktionskalorimeter
- Schmelzindexbestimmung
- Bestimmung von Porengrößenverteilungen und Oberflächen poröser Festkörper
- Automatisches Wasserdampfsorptionsmessgerät
- FT-Raman-Spektrometer
- Sauerstoffpermeationsmessgerät

Ausführliche Informationen zu unserem umfangreichen Analytikangebot finden Sie unter:

www.polymer-analytik.de

Ausstattung

- Reinraum (Klasse 1000 und 10 000)
- 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 20 nm bis 20 µm
- Elektrische Polarisierung
- 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
- Oberflächen-Plasmon-Resonanz-Spektroskopie

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 Lösungs-polymerization sowie für polymeranaloge Umsetzungen
- Explosionsgeschützter 50 L-Reaktor zur heterogenen Modifizierung von Cellulose und Stärke
- Automatische Reaktorsysteme RC1, LabMax
- Laborautoklaven
- Hochdruckreaktorsystem mit Gasdosieranlage

Modifizierung von Oberflächen und Filmen

- Anlagen zur Oberflächenmodifizierung von Polymeren mit Niederdruck-Atmosphärendruckplasma und VUV-Strahlung

Herstellung dünner Schichten

- Sprüh- und Spin-coater
- Tintenstrahldruck von OLEDs
- Aufdampfen und Sputtern von Metallschichten und Oxiden

Polymerverarbeitung

- Verarbeitung von Polymeren und Polymerlösungen
- Einrichtungen zur kleintechnischen Herstellung und Verformung thermoplastischer Kunststoffe
- Nassspinntechnik für Viskose und Carbamat
- Lyocell-Technologie für Fasern und Folien
- Technika zur Herstellung dünner Polymerschichten
- Messextruder mit diversen Verformungswerkzeugen
- Technikums-Sprühtrockner
- Gefriertrocknungsanlagen
- Wirbelschichttrockner
- Jet-Kocher
- Mikrowellenreaktor
- Ultrafiltrationsanlagen (bis zu 15 L)
- 5-Schicht-Flachfolien-Extruderanlage
- Berghofzellen zur Latexreinigung (bis zu 2 L)
- Konischer Mini-Doppelschneckenextruder
- Mikro-Spritzgießgerät
- Spritzgießautomat
- Doppelschneckenextruder für reaktive Extrusion

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-spectrometer
- online Raman spectrometer

Physical-chemical characterization of polymer solutions

- gel permeation chromatography with multi-detection (VISCO, MALLS, UV, RI)
- static and dynamic light scattering
- interferometric refractometer (dn/dc-determining)
- preparative molar mass fractionation
- analytical ultracentrifugation
- vapor pressure osmometer
- membrane osmometer
- cryoscopy
- automatical dilution viscometer
- 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)
- polyelectrolyte titration

Structural analysis of solutions and solids

- 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
- FT Raman spectrometer
- oxygen permeability tester

You will find detailed information on our broad range of analytical methods and services 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 transistors
- test station for determining the efficiency of solar cells
- spectro-electrochemical test station
- test station for layer thickness within the range 20 nm – 20 μm
- electrical polarization
- test stations for determining piezo- and pyroelectric 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
- spectroradiometer for angle-dependent characterization of optical components
- surface plasmon resonance (SPR) spectroscopy

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 by melt polycondensation, bulk, emulsion and solution polymerization and polymer analog reactions
- explosion-proof 50 L reactor for heterogeneous derivatization of cellulose and starch
- equipment for UV crosslinking and UV stability
- automatic reactor systems RCI, 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

Preparation of thin layers

- spray and spin coater
- ink-jet printing of OLEDs
- evaporation and sputtering of thin metal and oxide layers

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 viscose and carbamate
- lyocell technology for fibers and films
- equipment for pilot-scale production of thin polymeric layers
- laboratory extruder with various dies
- pilot-scale spray drier
- lyophilizer
- turbulent-layer drier
- jet boiler
- microwave reactor
- ultrafiltration (up to 15 L)
- 5-layer flat film extruder plant
- Berghof cells for latex cleaning (up to 2L)
- conical twin screw micro-compounder
- micro injection molding machine
- injection molding machine
- twin screw extruder for reactive extrusion

Graduierungsarbeiten

Theses

Interaction of cationic starch derivatives with starch fiber

Marco Ulbrich

Doctoral thesis, TU Berlin

In industrial papermaking process, cationic starch in aqueous solution is used in the wet end to improve the dry strength, whereas the starch has to be fixed by adsorption on the negatively charged cellulose pulp. The electrostatic interaction between the starch polysaccharides and the pulp is extensively influenced by molecular starch parameters, process parameters and pulp characteristics. This affects the strength potential of the employed starch product.

The present work deals with the interaction behaviour of cationic wet end starch (the adsorbed amount and the molecular composition) with a pulp and a possible correlation to resulting paper strength. The influencing variables of the starch product average molecular weight, amylose content, degree of substitution (DS) and the distribution of the cationic substituents as well as initial starch concentration, retention time of the starch and the electrolyte content in the pulp suspension were investigated.

A method was developed for the indirect characterization of the adsorbed starch on the pulp by means of size exclusion chromatography multi angle laser light scattering (SEC-MALLS). Thereby, the depletion of the starch polysaccharides in the starch-pulp suspension due to adsorption was measured quantitatively as well as qualitatively to get information about amount and molecular composition of the adsorbed starch. Furthermore, a method was developed for the determination of the specific distribution of the cationic substituents on amylopectin and amylose by means of semi-preparative fractionation and following polyelectrolyte titration. By special preparation of the pulp and the use of starch solutions with a very good solution state adsorption data of good reproducibility were obtained, which were evaluated statistically.

It was supposed an interacting impact/influence of the average molar mass, the DS and the specific substitution due to the derivatisation process. The following results are related to derivatives from the slurry process. The influence of the DS on starch adsorption was strongly dependent on electrolyte content in the starch

pulp suspension. The adsorbed amount of cationic starch showed good correlation to resulting paper strength. The molecular composition of the adsorbed cationic starch was clearly influenced by the ionic milieu in the starch pulp suspension. Relatively high amylopectin adsorption respectively high amylose adsorption lead to significant decrease of the paper strength in comparison to adsorbed starch with an amylopectin/amylose ratio of about 40/60 to 60/40. Increasing initial starch concentration or increasing retention time generally enhanced the starch adsorption.

In general a good correlation between adsorption of cationic starch derivatives and resulting paper strength could be demonstrated.

Oligomeric surfactants as novel type of amphiphiles: Structure/property relationships and behavior with additives

Laurent Wattebled

Doctoral thesis, University of Potsdam

The properties of a series of well-defined new cationic surfactant oligomers (dimers to tetramers) were examined. These oligomers consist of simple monomeric surfactant fragments coupled via the hydrophilic ammonium chloride head groups by spacer groups differing in nature and length. The properties of the surfactant oligomers in aqueous solution such as solubility, micellization and surface activity, micellar size and aggregation number were studied and discussed with respect to the two new molecular variables introduced, i.e. degree of oligomerization and spacer group, in order to establish structure/property relationships. Increasing the degree of oligomerization results in a pronounced decrease of the critical micellization concentration (CMC). Both reduced spacer length and increased spacer hydrophobicity lead to a decrease of the CMC, but to a lesser extent. For these particular compounds, the formed micelles are relatively small and their aggregation number decreases with increasing the degree of oligomerization, increasing spacer length and sterical hindrance. In addition, pseudo-phase diagrams were established for the dimeric surfactants in

more complex systems, namely inverse micro-emulsions, demonstrating again the important influence of the spacer group on the surfactant behaviour. Furthermore, the influence of additives on the property profile of the dimeric compounds was examined. Strong synergistic effects were observed by adding special organic salts (e.g. sodium salicylate, sodium vinyl benzoate, etc.) to the surfactant dimers in stoichiometric amounts. For such mixtures, the critical aggregation concentration is strongly shifted to lower concentration, the effect being more pronounced for dimers than for analogous monomers. A sharp decrease of the surface tension can also be attained. Many of the organic anions produce viscoelastic solutions when added to the relatively short-chain dimers in aqueous solution, as evidenced by rheological measurements. This behaviour reflects the formation of entangled wormlike micelles due to strong interactions of the anions with the cationic surfactants, decreasing the curvature of the micellar aggregates. The associative behaviour is enhanced by dimerization, and for a given counterion, depends on its length and hydrophobicity of the spacer group. Also, a novel anionic dimeric surfactant based on EDTA was synthesized and studied. The synthesis route is relatively simple and the compound exhibits particularly appealing properties such as low CMC and sCMC values, good solubilization capacity of hydrophobic probes and high tolerance to hard water.

Influence of synthesis conditions on structure and mechanical properties of PET nanocomposites

André Gomoll

Diploma thesis, University of Applied Sciences Berlin

The influence of nanoscale dispersed boehmit on structural and mechanical properties of PET matrix were investigated. In disperse phase, aluminiumhydroxy-oxides (boehmite) are available as nanoscale platelets with an aspect ratio of 9:1. They possess -OH and =O-groups that are adequate to ester groups, allowing intense polar interaction up to and including chemical bonds.

PET/boehmite nanocomposites were produced in two different ways: The in-situ synthesis combines the composite forming with the PET synthesis in one production step. By means of high-shear-mixing, boehmite powder is dispersed in ethylene glycol and dosed to the reaction batch after different conversion levels. Adding the dispersion at a higher conversion level of acid groups and glycol, leads to formation of a composite with slightly increased tensile strength and Young's modulus. It contains predominantly finely dispersed particles. The disadvantage of this process is that the addition of glycol dispersion can lead to a degradation of the PET chains. When pre-producing a concentrated Disperal®/PET nanocomposite by melt-compounding in a twin screw extruder and adding the resultant master batch to the reaction batch at a conversion level of 90 percent, materials with slightly enhanced tensile strength and Young's modulus are obtained. TEM micrograph shows predominantly well-dispersed boehmite particles. In contrast to the in-situ process, no additional ethylene glycol has to be added to the reaction batch.

Doping of polymers with nanoparticles and laser dyes for application in optical devices

Tonino Greco

Diploma thesis, Humboldt University Berlin

The aim of this work was to develop new transparent composite materials by doping polymers with quantum dots, inorganic nanoparticles with high refraction index, and laser dyes which emit fluorescent light in the visible and near infrared (NIR) spectral range respectively. Optical devices like large-area light converters, fluorescent collectors, and surveillance modules are potential applications for optically active polymers. NIR-emitting fluorescent molecules such as cyanine laser dyes are of great interest in biomedical technologies, e.g. diagnostic methods for rheumatic diseases. Novel polymeric nanocomposites could be synthesized by in situ copolymerization of methyl methacrylate (MMA) and ethyl acrylate (EA) with colloidal europium-doped yttrium vanadate semiconductor (YVO₄:Eu). Alternatively,

lanthane phosphate nanoparticles doped with cer and terbium cations (LaPO₄:Ce,Tb) were dissolved in methyl methacrylate, hydroxyethyl methacrylate (HEMA) and lauryl methacrylate (LMA) and subsequently copolymerized. These doped polymers show strong, characteristic narrow-band red or green luminescence by excitation with UV-C radiance and can be used for security applications due to their unique spectra that can hardly be copied. High-refractive materials as TiO₂ or BaSO₄ nanoparticles can be used to modify the refraction index of polymers. The implementation of colloidal-dispersed BaSO₄ up to 30 wt% into polyvinyl alcohol resulted in a very transparent composite material. Thermal and UV-induced polymerization as well as miscellaneous preparative techniques like ultrasound treatment, casting, spin coating and air-brush were used to process the synthesized polymers. Thus, simple large-scale light-converting surveillance modules consisting of coated glass plates and silicon solar cells could be realized. The solar cells in combination with an A/D converter and analysis software permit to monitor the detected converted radiance.

Synthesis and characterization of calcium-responsive hydrogels

Ann Hoth

Diploma thesis, University of Applied Sciences Wildau

Synthetic macromolecules undergoing rapid conformational change in response to an external stimulus became lately very important in applied material science. For instance thermoresponsive, pH-responsive, electro-active or light-responsive polymers are well-established materials. On the other hand, very little efforts have been made for developing polymers responding to specific chemical triggers such as for example glucose, acetylcholine, calcium or nitric oxide, although such structures could be extremely relevant for biological applications. Indeed, chemo-responsive systems play a key role in biology. Living organisms use cascades of stimuli-response phenomena for transmitting signals from one location to another (e.g. from the brain to the

muscles). In these complex chains of events, divalent calcium ions often play the role of messenger. For example, Ca²⁺-signaling is actively used in biological processes such as muscle contraction, cell migration or gene expression. In this context, the development of synthetic polymers responding to Ca²⁺ is an appealing topic. The aqueous precipitation of synthetic poly-anions (e.g. sodium polyacrylate) in the presence of divalent cations is a phenomenon which has been known for decades. However, this particular aspect has been generally seen as an "undesirable effect" in most applications (e.g. detergents, desalination). However, if reversible, such phenomena could be extremely interesting for modern applications such as for example the preparation of artificial muscles or biosensors. We recently screened the Ca²⁺-response of various polyelectrolytes. Among them, well-defined alternating copolymers of styrene and sodium maleic acid were found to be particularly appealing. These copolymers precipitate in the presence of Ca²⁺ but redissolve easily in water in the presence of NaCl. This interesting behavior was for example exploited for inducing the contraction of chemically crosslinked hydrogels.

Synthesis and use of trimethylsilyl labelled RAFT agents for end group analysis by ¹H-NMR spectroscopy

Maik Lange

Diploma thesis, University of Potsdam

New, trimethylsilyl (TMS) labelled chain transfer agents suited for the RAFT method were prepared for their use in the controlled free radical polymerization. The TMS group was explored as marker for the end group analysis by ¹H-NMR. Several RAFT agents were synthesized and tested in the solution polymerization of butylacrylate. Specific problems in the synthesis of such chain transfer agents were overcome. The preliminary results of comparative polymer characterization indicate the usefulness of the concept.

Design and characterization of stimuli-responsive polymer aggregates

Erik Ortel

Diploma thesis, University of Applied Sciences Berlin

The "bottom-up" self-assembly of macromolecular building-blocks is a versatile strategy for preparing organized nanomaterials. In such approaches, non-covalent forces such as van der Waals interactions, H-bonds, ionic interactions, metal coordination or p-p interactions are utilized for grouping preformed polymer chains into defined two- or three- dimensional nanoscale morphologies. For instance, in dilute aqueous solutions, colloidal structures such as spherical micelles, worm-like (i.e. cylindrical) micelles or vesicles can be obtained via the assembly of homopolymers or copolymers. Such building-blocks are generally amphiphilic macromolecules such as macrosurfactants or polysoaps. In these cases, hydrophobicity is the driving-force which leads to intermolecular self-organization. The apolar moieties of the macromolecules tend to separate from the aqueous phase, which results in the formation of nano-sized hydrophobic domains stabilized by hydrophilic shells. Still, comparable morphologies in water can also be obtained using other types of cohesive forces. For instance, in the present work the intermolecular association of polyanions with low molecular weight divalent or trivalent cations (e.g. Ca^{2+} , Gd^{3+}), was used as novel driving-force for self-assembly in dilute aqueous solution. Well-defined double hydrophilic block copolymers composed of neutral hydrophilic segment (poly(ethylene oxide) (PEO)) and a negatively charged segment (e.g. poly(acrylic acid) or poly(methacrylic acid)) were synthesized using atom transfer radical polymerization (ATRP). These hydrophilic polymers are fully soluble in water at room temperature. However, in the presence of multivalent cations, these polymers self-organize into defined nanosized aggregates composed of a polyanion/cation complexed core and a PEO shell. These novel types of micellar aggregates were characterized by dynamic light scattering (DLS), zeta potential measurements, analytical ultra-centrifugation (AUC) and transmission electron microscopy (TEM).

Synthesis of BAB triblock copolymers via RAFT polymerization and their self-assembly behavior in water

Wen Li

Master thesis (master of polymer science), University of Potsdam

Thermoresponsive double-hydrophilic triblock copolymers, poly(N-isopropylacrylamide)-block-poly(N,N-dimethylacrylamide)-block-poly(N-isopropylacrylamide), $[(\text{M}2)_m-(\text{M}1)_n-(\text{M}2)_m]$ and amphiphilic BAB triblock copolymers, poly(n-butylacrylate)-block-poly(N-dimethylacrylamide)-block-poly(n-butylacrylate) $[(\text{M}3)_q-(\text{M}1)_n-(\text{M}3)_q]$ with defined structures were synthesized via reversible addition-fragmentation chain transfer (RAFT) polymerization. The homopolymers poly(M1) were prepared using a new bifunctional bis(trithiocarbonate) RAFT agent. The homopolymers poly(M1) were then used as macro-chain transfer agent for the synthesis of the triblock copolymers with varied block ratios and block lengths. The thermally induced aggregation behaviors of $(\text{M}2)_m-(\text{M}1)_n-(\text{M}2)_m$ in aqueous solution were investigated by using ^1H NMR spectroscopy, turbidimetry, and dynamic light scattering methods. The results show that the aggregation behaviors of this kind of copolymers are complicated and depend on both the block ratios and the solution heating process.

MADIX emulsion polymerization of vinylacetate

Attyah Al Zhrani

Master thesis (master of polymer science), University of Potsdam

Ab initio emulsion polymerizations of vinyl acetate with three different MADIX agents and two different initiators (persulfate KPS and azo initiator ACPA) are performed. The three MADIX agents are X1 methyl (methoxy carbonothioyl) sulfanyl acetate, X2 ethyl (methoxy carbonothioyl) sulfanyl acetate, and X3 ethyl (methoxy carbonothioyl) sulfanyl acetic acid. The effects of structure and polarity of MADIX agents on conversion-time dependence, particle size and

size distribution of the latex, number average molar mass, polydispersity index and molar mass distribution are studied. It was found that a combination of ACPA with X2 or ACPA with X3 as sodium salt gives a good agreement between experimental number average molar mass values and theoretically expected ones. Most of the polymerizations show that the number average molar mass increases with conversion. The polydispersity is usually above 2, and there is no evolution of PDI with conversion. The molar mass decreases when the concentration of MADIX agent is increased. The molar mass shows bimodal distribution which indicates that the polymerization occurs at two different sites during the nucleation period at lower conversion. All the polymerizations are subjected to rate retardation. The rate retardation with X1 was low, but with X3 significant rate retardation is observed. The best recommended combination of initiator and MADIX agent is to use azo initiator with moderate hydrophobic non ionized MADIX agent with secondary carbon leaving group. By this combination a good control of the molar mass and an acceptable rate of polymerization might be obtained in ab initio emulsion polymerization of vinylacetate.

Wissenschaftliche Zusammenarbeit *Scientific cooperation*

Fraunhofer-Institute *Fraunhofer Institutes*

Fraunhofer FIRST
Institut für Rechnerarchitektur und
Softwaretechnik (Berlin)

Fraunhofer IAO
Institut für Arbeitsorganisation (Stuttgart)

Fraunhofer IBMT
Institut für Biomedizinische Technik
(St. Ingbert/ Potsdam-Golm)

Fraunhofer ICT
Institut für Chemische Technologie
(Pfinztal)

Fraunhofer IFAM
Institut für Fertigungstechnik und Angewandte
Materialforschung, Klebetechnik und
Oberflächen (Bremen)

Fraunhofer IGB
Institut für Grenzflächen und Bioverfahrens-
technik (Stuttgart)

Fraunhofer ILT
Institut für Lasertechnik (Aachen)

Fraunhofer IME
Institut für Molekularbiologie und Angewandte
Ökologie (Aachen)

Fraunhofer IOF
Institut für Angewandte Optik und
Feinmechanik (Jena)

Fraunhofer IPA
Institut für Prozesstechnik und Automatisierung
(Stuttgart)

Fraunhofer IPM
Institut für Physikalische Messtechnik
(Freiburg)

Fraunhofer ISC
Institut für Silikatforschung (Würzburg)

Fraunhofer ISE
Institut für Solare Energiesysteme (Freiburg)

Fraunhofer ITEM
Institut für Toxikologie und Experimentelle
Medizin (Hannover)

Fraunhofer IVV
Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung
(Freising)

Fraunhofer IWM
Institut für Werkstoffmechanik (Halle)

Fraunhofer IZFP
Institut für Zerstörungsfreie Prüfverfahren
(Saarbrücken)

Fraunhofer IZI
Institut für Zelltherapie und Immunologie
(Leipzig)

Fraunhofer IZM
Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration
(Berlin/ Teltow/ München)

Fraunhofer UMSICHT
Institut für Umwelt-, Sicherheits- und
Energietechnik (Oberhausen)

Fraunhofer WKI
Wilhelm-Klauditz-Institut für Holzforschung
(Braunschweig)

Universitäten in Deutschland *Universities in Germany*

Freie Universität Berlin,
Institut für Chemie, Institut für Pharmazie
und Biopharmazie

Hochschule Magdeburg,
Institut für Pharmatechnik

Humboldt-Universität-Berlin,
Institut für Physik, Institut für Chemie,
Universitätsklinikum Charité: Institut für
Transfusionsmedizin, Institut für Mikrobiologie,
Herzzentrum Berlin

Johannes Gutenberg-Universität Mainz,
Institut für Organische Chemie

Ludwigs-Maximilian-Universität München

Martin-Luther-Universität Halle,
Institut für Physik, Institut für Chemie,
Institut für Pharmazie

Phillips-Universität Marburg

Technische Universität Berlin,
Optisches Institut, Institut für Physik,
Institut für Chemie, Institut für Lebens-
mittelbiotechnologie und -prozesstechnik,
Institut für Werkstoffwissenschaften

Technische Universität Braunschweig,
Institut für Technische Chemie

Technische Universität Darmstadt

Technische Universität Dresden,
Institut für Holz- und Pflanzenchemie,
Institut für Holz- und Papiertechnik
Universitätsklinikum »Carl Gustav Carus«

Technische Universität Ilmenau

Technische Universität München,
Institut für Physik

Universität Bayreuth,
Polymer Engineering

Universität Greifswald,
Institut für Physik

Universität Jena,
Kompetenzzentrum Polysaccharidforschung

Universität Kassel,
Institut für Werkstofftechnik

Universität Leipzig,
Paul-Flechsig-Institut (PFI) für Hirnforschung

Universität Potsdam,
Institut für Physik, Institut für Chemie

Universität Regensburg,
Klinik und Poliklinik für Augenheilkunde,
Zentrum für Medizinische Biotechnologie,

Universitätsklinik und Poliklinik für
Augenheilkunde, Halle

Universität Siegen,
AG Festkörperphysik

Universität Würzburg

Universitäten im Ausland *Foreign universities*

Academy of Science of Czech Republik,
Institute of Macromolecular Chemistry,
Prague (Czech Republic)

Academy of Science,
Institute of Polymers,
Sofia (Bulgaria)

Charles University Prague,
Faculty of Mathematics and Physics,
Prague (Czech Republic)

Donau University Krems,
Christian Doppler laboratory for spe-
cific adsorption technologies in medi-
cine, Biomedical Technology
Krems (Austria)

Ecole des Mines de Paris, CEMEF,
Sophia Antipolis (France)

Institute of Macromolecular Chemistry,
Iasi (Romania)

Joanneum Research,
Graz (Austria)

Wissenschaftliche Zusammenarbeit *Scientific cooperation*

Moscow State University,
Faculty of Chemistry,
Moscow (Russia)

Polish Academy of Science,
Centre of Polymer Chemistry,
Łódź/Zabrze (Poland)

Tianjin University of Technology,
Tianjin (China)

Technical University Graz,
Institute for Experimental Physics,
Graz (Austria)

Technical University Łódź,
Institute for Materials Science and Engineering,
Łódź (Poland)

Technical University Poznan,
Faculty of Technical Physics,
Poznan (Poland)

Ukraine Academy of Science,
Institute of Physics,
Kiew (Ukraine)

University Calabria,
Institute of Physics,
Cosenza (Italia)

Université catholique de Louvain,
Unité Chimie des Matériaux CMAT / Unité Chi-
mie et Physique des Hauts Polymères POLY,
Louvain (Belgium)

Universität Graz,
Institut für Chemie,
Graz (Austria)

University of Lille/CNRS,
Laboratoire de Formulation,
Lille (France)

Uniwersytet Medyczny w Poznaniu,
Katedra i Klinika Okulistyki,
Poznan (Poland)

University Neapoli Fredereico II,
Institute of Physics,
Neapoli (Italia)

University of Nottingham,
School of Biosciences,
Loughborough (UK)

University of Veterinary Medicine Vienna,
Vienna (Austria)

Virginia Tech,
Department of Wood, Science
and Forest Products, Blacksburg,
VA (USA)

Wageningen University and Research,
Wageningen (Netherlands)

Andere Forschungseinrichtungen *Other research institutes*

Deutsches Institut für Ernährungsforschung,
Potsdam-Rehbrücke

Forschungsinstitut für Leder- und
Kunststoffbahnen gGmbH (FILK),
Freiberg

Institute Dr. Schrader,
Holzminden

Institut für Dünnschichttechnologie und
Mikrosensorik e.V., Teltow

Institut der Feuerwehr Sachsen-Anhalt (IdF),
Heyrothsberge

Institut für Getreideforschung,
Potsdam-Rehbrücke

Johann Heinrich von Thünen-Institut (vTI),
Hamburg

Leibniz-Institut für Polymerforschung e.V.
(IPF), Dresden

Max-Planck-Institut für Kolloid- und
Grenzflächenforschung, Potsdam

Max-Planck-Institut für Polymerforschung,
Mainz

Papiertechnische Stiftung Heidenau,
Heidenau

Polish Academy of Science, Cen-
ter of Polymer Chemistry / Center of
Polymer and Carbon Materials,
Łódź / Gliwice und Zabrze (Poland)

Textilforschungsinstitut Thüringen-
Vogtland e.V., Greiz

Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-
forschung, Rudolstadt-Schwarzta

Ytkemiska Institutet (Institute for Surface
Chemistry, YKI), Stockholm (Sweden)

Firmenkooperationen *Cooperations with companies*

Akzo Nobel,
Düren

Arkema,
Paris (France)

ALUCHROM GmbH,
Wolkenstein

Beiersdorf AG,
Hamburg

Ciba Spezialitätenchemie,
Grenzach

Coronis GmbH,
München

CORRSYS 3D Sensors AG,
Wetzlar

Dow Bsl Olefinverbund GmbH,
Schkopau

Dr. Schmidt Intraocularlinsen GmbH,
Sankt Augustin

DSM,
Sittard-Geleen (Netherlands)

Dynea Erkner GmbH,
Erkner

EP Elsterberg GmbH & Co. KG,
Elsterberg

Glanzstoff Austria GmbH,
(Austria)

HeGo Biotec GmbH,
Berlin

Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH,
Seelze

Institut für medizinische Diagnostik GmbH,
Berlin

Katpol Chemie GmbH,
Bitterfeld

Kelheim Fibres GmbH,
Kelheim

Konarka Technologies,
Linz (Austria)

KRÜSS – wissenschaftlicher Gerätebau,
Hamburg (Germany)

Lenzing AG,
Lenzing (Austria)

LIST AG,
Arisdorf (Switzerland)

Mack Industrievertretungen,
Bad Klosterlausnitz

Merck KGA,
Darmstadt

micro resist technology GmbH,
Berlin

Micromod Partikeltechnologie,
Rostock

NORTECH GmbH,
Springe

PESCHKE GmbH,
Nürnberg

PlasmaChem GmbH,
Berlin

PolyIC GmbH,
Fürth

PSS, Polymer Standard Service,
Mainz

Qiagen GmbH,
Hilden

Reifenhäuser REICOFIL GmbH & Co. KG,
Troisdorf

RHINE-TEC,
Krefeld

Bayer Schering Pharma AG,
Berlin

Serumwerk Bernburg AG,
Bernburg

STAEDTLER GmbH,
Nürnberg

Südzucker AG,
Mannheim/Ochsenfurth

Synthopol Chemie,
Buxtehude

VITRONIC GmbH,
Wiesbaden

ViskoTeepak N.V.,
(Belgium)

Weyerhaeuser Company,
(USA)

Xetos AG,
Hohenbrunn

Zellstoff- und Papierfabrik Rosenthal
GmbH & Co. KG

Netzwerke Networks

- Deutsches Flachdisplayforum (DFF) im VDMA, Frankfurt
- Organic Electronic Assoziation (oe-a) im VDMA, Frankfurt
- European Polysaccharide Network of Excellence (EPNOE)
- Optec-Berlin-Brandenburg (OpTecBB) e.V. Kompetenznetz für Optische Technologien
- Center of Innovative Materials for Advanced

- Technologies (CIMAT)
- Kunststoffnetzwerk Berlin-Brandenburg KuBra e.V.
- Cluster Chemie/Kunststoffe Mitteldeutschland
- Sonderforschungsbereich 448, *Mesoskopisch strukturierte Verbundsysteme*

Mitarbeit in Fachorganisationen und Gremien

Involvement in professional organizations and committees

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
- Centre of Innovative Materials for Advanced Technologies (CIMAT), Potsdam
- Deutsche Gesellschaft für Plasmatechnologie e.V.
- Vereinigung der Seifen-, Parfüm- und Waschmittelfachleute e.V. (SEPAWA)

Dr. C. Fanter
– NA 005-11-43 AA Arbeitsausschuss Partikelmesstechnik; Oberflächenmessverfahren (Sp ISO/TC 24/SC 4/WG3)

Dr. H.-P. Fink
– Mitglied im Berlin-Brandenburgischen Verband für Polymerforschung
– Forschungskuratorium der Forschungsvereinigung Werkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen
– Verein Zellcheming, Fachausschuss Cellulose und Cellulosederivate
– Kooperationsrat des Innovativen Regionalen Wachstumskerns Faserverbunde ALFA, Haldensleben
– Editorial Boards der Zeitschriften »Cellulose«, »Cellulose Chemistry and Technology«, »Carbohydrate Polymers«, »Natural Fibres«
– Vorstandsmitglied Kunststoffnetzwerk Brandenburg KUBRA
– Mitglied des Forschungsbeirates der Papiertechnischen Stiftung München (PTS)

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

Dr. M. Hahn
– Mitglied im Gutachterausschuss in der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen »Otto von Guericke« e.V. (AiF)

Prof. Dr. A. Laschewsky
– Mitglied im Berlin-Brandenburgischen Polymerverband
– Vorstandsmitglied der GDCh-Fachgruppe Waschmittelchemie

Dr. A. Seeboth
– Gutachterausschuss Israel Science Foundation
– Mitglied im Gutachterausschuss in der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen »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

Lehrveranstaltungen Lecturing activities

Prof. Dr.-Ing. M. Bartke
– Vorlesung »Polymerisationsreaktionstechnik« Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

Dr. S. Bruzzano
– Vorlesung »Makromolekulare Chemie« Technische Fachhochschule Berlin

Dr. H.-P. Fink
– Vorlesung »Strukturcharakterisierung von biobasierten Polymerwerkstoffen« Universität Kassel

PD Dr. habil. Silvia Janietz
– Vorlesung »Moderne Aspekte der Elektrochemie« Universität Potsdam

Prof. Dr. A. Laschewsky
– Vorlesung »Technische Chemie I und II« Universität Potsdam
– Vorlesung »Polymeric Amphiphiles« in Rahmen des Internationalen Master-Studiengangs »Chimie et Ingénierie de la Formulation« der Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille (France)

Prof. Dr. A. Laschewsky und Dr. J.-F. Lutz
– »Design, synthesis and properties of hydrogels«, Universität Potsdam

Dr. Joachim Stumpe
– Vorlesung »Polymerphotochemie« Universität Potsdam

Ereignisse Events

Seminare, Tagungen, Messen

Seminars, meetings, fairs

5th GRAFFITAGE meeting,

Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
(Germany), 19.01.2007

Society for Information Displays SID 2007,

Long Beach, California (USA), 22.–24.05.2007

Statusseminar Chitin und Chitosan,

Büsum (Germany), 14.–15.06.2007

NAROSSA 2007,

Poznan (Poland), 18.–19.06.2007

Zellcheming,

Wiesbaden (Germany), 25.–26.06.2007

Joined International Workshop and dem-

onstration run on direct evaporation of

temperature-sensitive polymer solutions

(Kooperation mit LIST AG),

Schkopau (Germany), 28.06.2007

naro.tech Messe für nachwachsende Rohstoffe,

Erfurt (Germany), 10.–13.09.2007

EUROMAT 2007 FEMS,

Nürnberg (Germany), 10.–13.09.2007

NanoEurope fair & conference,

St. Gallen (Switzerland), 11.–13.09.2007

Organic Electronic Conference OEC '07,

Frankfurt am Main (Germany), 24.–26.09.2007

Sepawa-Kongress / 3rd European Detergency

Conference, Würzburg (Germany),

10.–12.10.2007

Kunststoffmesse K 2007,

Düsseldorf (Germany), 24.–31.10.2007

5th Conference on Formulation Technology

(Formula V), Potsdam (Germany),

19.–22.11.2007

Institutskolloquien

Institute colloquia

Prof. Dr.-Ing. Samuel Schabel,

Technische Universität Darmstadt,

»Trennung von Papierfasern nach
physikalischen Eigenschaften«

09.03.2007

Prof. Dr. Ralf B. Wehrspohn,

Leiter des Fraunhofer Instituts für Werkst-

offmechanik, Institutsteil Halle (IWMH),

»Polymernanoröhren – Herstellung, mecha-

nische Eigenschaften und Anwendungen«

20.03.2007

Dr.-Ing. Arnold Gillner,

Fraunhofer-Institut für Lasertechnik

(ILT), Aachen, »Laserverfahren in

der Kunststoff-technik – Mikrostrukturieren,

Fügen und Oberflächenfunktionalisierung«

04.04.2007

Prof. Dr. Gero Decher,

Institut Charles Sadron, Strasbourg

(Frankreich), »Surface engineering

for biological applications« (Kolloquium

im Rahmen des Campusprojekts)

24.05.2007

Dr. Susanne Klein,

Hewlett-Packard LTD, Bristol (UK),

»Paper-like Displays«

11.09.2007

Prof. Krzysztof Matyjaszewski,

Carnegie Mellon University, Pittsburgh

(USA), »Nanostructured functional

polymers prepared by ATRP with

ppm amounts of Cu«

(Kolloquium im Rahmen des Campusprojekts)

14.09.2007

Prof. Wilhelm Huck,

Department of Chemistry, University of

Cambridge (UK), »The ups and downs of

polyelectrolyte brushes. Towards

nanoactuation«

(Kolloquium im Rahmen des Campusprojekts)

23.11.2007

Internationale Gäste

International guests

Prof. Dr. Gero Decher,

Institut Charles Sadron, Strasbourg (France)

Prof. Andrzej Dworak,

Academy of Sciences, Centre for Carbon and

Macromolecular Chemistry, Gliwice / Zabrze

(Poland)

Prof. Dr. Wolfgang G. Glasser,

Virginia Tech (USA)

Prof. Wilhelm Huck,

University of Cambridge (UK)

Dr. Mubarak Ahmad Khan,

Institute of Nuclear Science and Technology

(Bangladesh)

Dr. Susanne Klein,

Hewlett-Packard LTD, Bristol (UK)

Dr. Bernhard van Lengerich and coworkers,

General Mills (USA)

Dr. Katharina Malaga,

SP Building Technology and Mechanics,

Boras, (Sweden)

Prof. Krzysztof Matyjaszewski,

Carnegie Mellon University,

Pittsburgh, Pennsylvania (USA)

Isabel Rodriguez Maribona,

Oihana Garcia, Technologiestiftung LABELIN

Tecnalia, Bilbao (Spain)

Dr. Antje Potthast,

BOKU Wien (Austria)

Prof. Maria Laura Santarelli,

Universität LaSapienza, Rome (Italy)

Dr. John Scott,

Buckeye Technologics Inc. (USA)

Dr. Sergej Slussarenko,

Ukraine Academy of Science,

Institute of Physics, Kiev (Ukraine)

Dr. Tatjana Smirnova,

Ukraine Academy of Science,

Institute of Physics, Kiev (Ukraine)

Dr. Julian Zhu,

Université de Montréal, Quebec (Canada)

Präsentationen und Publikationen *Presentations and publications*

Vorträge *Lectures*

V. Bovtun, J. Döring, M. Wegener, J. Bartusch, U. Beck, A. Erhard, V. Borisov: *Air-coupled ultrasonic applications of ferroelectrets*, 11th European Meeting on Ferroelectricity, Bled (Slovenia), 3.–7.09.2007

R. Bose, D. J. Farrell, A. J. Chatten, M. Pravettoni, A. Büchtemann, K. W. J. Barnham: *Novel configurations of luminescent solar concentrators*, 22nd European Photovoltaic Solar Energy Conference, Milan (Italy), September 2007

J. Döring, V. Bovtun, J. Bartusch, U. Beck, M. Wegener, A. Erhard, Y. Yakymenko: *Cellular polypropylene ferroelectret piezoelectrics for the air-coupled ultrasonics*, EUROMAT, Nürnberg (Germany), 10.–13.09.2007

C. Degel, H. Schuck, T. Knoll, F. Bauerfeld, M. Heinz, W. Haberer, H. Fonfara, R. Lemor, B. Elling, R. Danz: *Airborne Phased Array for Airborne Applications Based on Cellular Polymer*, IEEE International Ultrasonics Symposium, New York (USA), 28.–31.10.2007

K. Dominiak: *Distribution of xanthate groups in cellulose xanthate*, Second EPNOE Workshop of PhD Students, Jena (Germany), 02.–04.04.2007

K. Dominiak: *¹³C-NMR-spektroskopische Untersuchungen der Substituentenverteilung an Cellulosexanthogenaten*, Polymerwissenschaftliches Seminar der Polymertechnik, TU Berlin, Berlin (Germany), 28.11.2007

H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus: *Cellulose Meltblown Nonwovens Based on the Lyocell-Process*, Nonwovens Research Academy, Leeds (UK), 29.–30.03.2007

H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus: *Meltblown Cellulose Nonwovens for Wipes*, The Future of Wipes, Düsseldorf (Germany), 27.–28.06.2007

G. Engelmann, G. Rafler: *Nanocomposites based on heterochain polymers*, Viennano 2007, 2. Internationale Mikro- und Nanotechnologie Konferenz, Wien (Austria), 15.03.2007

C. Fanter: *Chitosan - Cellulose, Vergleich einiger Eigenschaften und Anwendungsmöglichkeiten*, Statusseminar Chitin - Chitosan Forschung - Entwicklung - Anwendung, Büsum (Germany), 14.–15.06. 2007

C. Fanter: *Bead Cellulose – A substrate for enzyme immobilization*, 13. International Conference for Renewable Resources and Plant Biotechnology "NAROSSA 2007", Poznan (Poland), 18–19.06.2007

H.-P. Fink: *Neue Materialien aus Biopolymeren*, Kolloquiumsvortrag, Universität Kassel, Kassel (Germany), 16.07.2007

H.-P. Fink, H. Ebeling, J. Ganster: *Novel Cellulose Materials and Processing Routes*, European Polymer Congress, Portorož (Slovenija), 02.–06.07.2007

H.-P. Fink, H. Ebeling, M. Luo, H.-G. Geus: *Cellulose meltblown nonwovens*, Int. Congress Textile Trends, Berlin, (Germany), 13.–15.02.2007

H.-P. Fink: *Neue Cellulosefaser verstärkte thermoplastische Verbundwerkstoffe*, Kolloquiumsvortrag, BTU Cottbus, Cottbus (Germany), 12.06.2007

H.-P. Fink: *Cellulose – unerschöpfliches Biopolymer mit neuen Perspektiven*, Kolloquiumsvortrag, Universität für Bodenkultur, Wien (Austria), 15.06.2007

H.-P. Fink, M. Pinnow, C. Fanter, J. Kunze: *Highly Porous Materials from Cellulose Carbamate*, 2nd Int. Cellulose Conf. ICC 2007, Tokyo (Japan), 22.–25.10.2007

H.-P. Fink, H. Ebeling, J. Ganster: *Novel Cellulose Based materials and Processing Routes*, European-Japanese Workshop on Cellulose and Functional Polysaccharides, Kyoto (Japan), 29.–31.10.2007

S. Fischer, K. Thümmeler, I. Schmidt, K. Fischer, B. Volkert, K. Hettrich: *Eigenschaften und Anwendungen von Celluloseacetat*, Zellcheming, Wiesbaden (Germany), 25.–28.06.2007

S. Fischer, K. Thümmeler, B. Volkert, K. Hettrich: *Preparation, properties and application of cellulose acetate*, European-Japanese Workshop on Cellulose and Functional Polysaccharides, Kyoto (Japan), 29.–31.10. 2007

J. Ganster, H.-P. Fink, R. Rihm, R. S. Whitehouse (Metabolix, Inc.): *Faserverbundwerkstoffe mit biogener Matrix und cellulosischen Spinnfasern als Verstärkung*, 6. Internationales Symposium »Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen«, Erfurt (Germany), 06–07.09.2007

J. Ganster, H.-P. Fink, R. Rihm, R. S. Whitehouse (Metabolix, Inc.): *Cellulose High-Tenacity Made Fiber Reinforced PLA and PHA Biocomposites for Injection Molding*, BioPlastics, Montreal (Canada), 19.–21.09.2007

M. Hahn: *Biologische Kunststoffe im Vergleich zu Standardkunststoffen*, Internationale Konferenz Bio-Verpackungen, Vienna (Austria), 11.–12.11.2007

A. Holländer: *Mit Oberflächentechnik zu neuen Anwendungsbereichen von Polymeren*, 8. Schwarzheider Kunststoffkolloquium, Schwarzheide (Germany), 18.–19.09.2007

A. Holländer, St. Kröpke, F. Pippig: *Chemical Analysis of Functionalized Polymer Surfaces*, 12th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis ECASIA'07, Brussels (Belgium), 09.–14.09.2007

A. Holländer: *Structure and composition of real world polymers*, Smart Systems Integration, Paris (France) 27.–28.03.2007

A. Holländer: *Adhesive-free bonding of plastics*, Smart Systems Integration, Paris (France), 27.–28.03.2007

J. Wagner, E. Görnitz, J. Stumpe: *Spektroskopische und diffraktive Messmethoden zur Charakterisierung photonischer Strukturen auf Basis kolloidaler Kristalle*, Colloquium Optische Spektrometrie (COSP) 2007, Berlin (Germany), 12.–13.11.2007

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

- S. Janietz:** *Design of active polymer materials for their application in electronic devices*, International symposium for Electronics on Polymers & Web-Coating Technology, Tokyo (Japan), March 2007
- S. Janietz, H. Krüger, M. Thesen, B. Fischer, A. Wedel:** *Solution-processible non-conjugated electrophosphorescent polymers*, 47th Microsymposium "Advanced polymer materials for photonics and electronics", Prague (Czech Republic), July 2007
- S. Janietz:** *Charakterisierung von organischen Materialien mittels CV im Festkörper und deren Anwendung in OLEDs*, Wissenschaftsforum Chemie der GDCh, Ulm (Germany), September 2007
- S. Janietz, H. Krueger, M. Thesen, B. Fischer, A. Wedel:** *Solution-processible multilayer phosphorescent PLED based on crosslinkable copolymer structures*, MRS-fall-Meeting, Boston (USA), November 2007
- J. Kristen, A. Laschewsky, J. N. Marsat, M. Päch, K. Skrabania:** *Opportunities for Fluorocarbons as Building Blocks of New Micellar Polymers*, 234th ACS National Meeting, Boston (USA), 19.–23.08.2007
- A. Laschewsky:** *Basis and Perspectives of Stimuli-responsive Surfactants*, 43th International Detegence Conference, Düsseldorf (Germany), 24.–26.04.2007
- A. Laschewsky, J.-F. Lutz, J. Storsberg:** *Polymere mit nano-skalgem Aufbau: Synthese und Anwendungen von (Block)-Copolymeren*, DECHEMA Weiterbildungskurs Chemische Nanotechnologien, Würzburg (Germany), 26.–27.04.2007
- A. Laschewsky, A. M. Bivigou Koumba, J. Bohrisch, J. Kristen, K. Skrabania:** *Synthesis and Switching of Smart Amphiphilic Block Copolymers*, European Science Foundation 3rd STIPOMAT Conference: Experimental and Theoretical Design of Stimuli-responsive Polymeric Materials, Les Diablerets (Switzerland), 14.–17.10.2007
- A. Laschewsky:** *Intelligente Polymere im Waschprozess der Zukunft*, Kongress "Die Zukunft des Waschens", Langen Foundation, Neuss (Germany), 26.11.2007
- A. Laschewsky:** *Wege zu neuen Materialien mittels selbstorganisierender Polymere*, Leibniz Institute of Surface Modification, Universität Leipzig, Leipzig (Germany), 06.12.2007
- A. Lehmann, B. Volkert:** *Starch based thickening agents for personal care surfactant systems*, 58th Starch Convention, Detmold (Germany), 25.–26.04.2007
- D. Löttsch, R. Ruhmann, O. Mühling, A. Seeboth:** *Material Development of Polymers Exhibiting Thermochromic Properties*, International Conference on Materials for Advanced Technologies 2007, (Singapore), Juli 2007
- J.-F. Lutz:** *New Perspectives in PEGylation: Controlled Radical Polymerization of Oligo(ethylene glycol) Methacrylates*, LEA 2007: Toward Next Generation Materials, Strasbourg (France), 29.01.2007
- J.-F. Lutz:** *Design of New Generations of "Smart" Materials for Biomedical Applications*, 7. Workshop für den Hochschullehrernachwuchs der GDCh-Fachgruppe Makromolekulare Chemie, Düsseldorf (Germany), 14.06.2007
- J.-F. Lutz:** *New Perspectives in PEGylation: Controlled Radical Polymerization of Oligo(ethylene glycol) Methacrylates*, European Polymer Congress 2007, Portorož (Slovenia) 03.07.2007
- J.-F. Lutz:** *Design of New Generations of "Smart" Materials using Controlled Radical Polymerization Techniques*, Eindhoven University of technology, department of chemical engineering and chemistry, Eindhoven (Netherlands), 23.07.2007
- J.-F. Lutz:** *Design of New Generations of "Smart" Materials for Biomedical Applications*, IUPAC International Symposium on Ionic Polymerization, IPO7, Kloster Banz (Germany), 07.11.2007
- J.-F. Lutz:** *Design of New Generations of "Smart" Materials for Biomedical Applications*, 10th biannual Bayreuth Polymer Symposium, BPS'07, Bayreuth (Germany), 10.09.2007
- J.-F. Lutz:** *Nanotechnologie für Life Science*, BioBilanz 2007 – 10 Jahre BioBilanz, Potsdam (Germany), 04.12.2007
- H. Nerenz, A. Schrader, B. Volkert, A. Lehmann:** *Stärkebasierende Verdickungsmittel für Kosmetik und Pharmazie*, 10. Symposium Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie, Oldenburg (Germany), 28.–29.03.2007
- S. Radosta, W. Vorweg:** *Stoffliche Nutzung Nachwachsender Rohstoffe*, Tag der Forschung bei DOW, Bad Lauchstädt (Germany), 11.09.2007
- S. Radosta, M. Ulbrich, W. Vorweg:** *Interaction of cationic starch derivatives with cellulose fibres with respect to paper strength*, Japanese-European Polysaccharide Workshop, Kyoto (Japan), 29.–31.10.2007
- R. Schuberth, T. Otto, R. Schwerdtner, D. Bach, M. Wegener, T. Geßner:** *Demonstration des Einsatzes flächiger low-cost-Sensoren am Beispiel eines trainingsunterstützenden Tischtennisschlägers*, Proceedings Mikrosystemtechnik Kongress, Dresden (Germany), 15.–17.10.2007
- R. Schwerdtner, T. Otto, R. Schuberth, D. Bach, M. Wegener, R. Danz, T. Geßner:** *Flexible taktile Sensorarrays auf Basis verschiedener piezoelektrischer Funktionspolymere*, Proceedings Mikrosystemtechnik Kongress, Dresden (Germany), 15.–17.10.2007
- A. Seeboth, R. Ruhmann and D. Löttsch:** *Polymer Materials with Thermochromic Properties*, AMN-3, Wellington (New Zealand), 11.–16.02.2007
- J. Storsberg, B.-R. Paulke, E. Görnitz, A. Laschewsky, K. Kobuch, R. Wuestneck, S. Pietschmann, N. Wuestneck, U. Pison:** *Nanotechnologie für medizinische Diagnostik und Therapie*, 5th Leibniz conference of advanced science NanoScience 2007, Lichtenwalde (Germany), 18.–20.10.2007

- M. Ulbrich, S. Radosta, W. Vorwerg:** *Investigation of the Interaction of Cationic Starch Derivatives with Cellulose Fibres with Respect to Paper Strength*, 58. Starch convention, Detmold (Germany), 25.–26.04.2007
- B. Volkert, J. Ganster, H. Wetzel, A. Lehmann, T. Greco:** *Neue Werkstoffe aus modifizierten Polysacchariden*, 10. Symposium Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie, Oldenburg (Germany), 28.–29.03.2007
- B. Volkert, A. Lehmann, J. Ganster, T. Greco, H. Wetzel:** *Modifizierte Polysaccharide als Basis für neue Werkstoffe*, naro.tech 6. Internationales Symposium "Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen", Erfurt (Germany), 06.–07.09.2007
- B. Volkert, W. Wagenknecht:** *Struktureigenschaften-Beziehungen von Celluloseethern - Einfluss der Reaktionsführung*, Zellcheming, Wiesbaden (Germany), 25.–28.06.2007
- W. Vorwerg, S. Radosta:** *Analytik von Wellpappenverklebungen und Leimen*, 2. Treffen des FNR-Papier-Stärke-Verbundes, Potsdam-Golm (Germany), 28.02.2007
- W. Vorwerg, K. Hettrich, S. Radosta:** *Properties of modified starches*, Starch Round Table, San Antonio (USA), 4.–6.10.2007
- W. Vorwerg, K. Hettrich, S. Radosta:** *Eigenschaften modifizierter Stärken*, Stärkefachausschuss, Frankfurt (Germany), 16.10.2007
- M. Wegener, W. Wirges, O. Voronina, R. Gerhard:** *Cellular polyethylene terephthalate (PET) films as ferroelectrets: Fundamentals, preparation technologies and piezoelectric properties*, 2nd International Workshop on Smart Materials and Structures, Kiel (Germany), 29.–31.08.2007
- M. Wegener, W. Wirges, O. Voronina, P. Fang, L. Zirkel, R. Gerhard:** *Ferroelectrets from polyester films: Preparation, elastic and piezoelectric properties of cellular PET and PEN*, 11th European Meeting on Ferroelectricity, Bled (Slovenia), 3.–7.09.2007
- M. Wegener:** *Ferroelectrics and ferroelectrets as piezoelectric transducers*, Symposium on Biometric Sensing and Smart-Materials, Potsdam-Golm (Germany), 20.07.2007
- Poster Posters**
- A. Büchtemann, J. Quilitz, A. J. Chatten, D. J. Farrell, R. Bose, K. W. J. Barnham:** *Spectroscopic Studies on Luminescent Concentrator Samples*, 17th European Symposium on Polymer Spectroscopy, Seggauberg Leibnitz (Austria), 09.–12.09.2007
- R. Bose, D. J. Farrell, A. J. Chatten, A. Büchtemann, K. W. J. Barnham:** *Luminescent Solar Concentrators*, 3rd Photovoltaic Science, Applications and Technology Conference, Durham (UK), 28.–30.03.2007
- A. Chatten, D. J. Farrell, R. Bose, M. G. Debije, A. Büchtemann, K. J. W. Barnham:** *Thermodynamic modelling of luminescent solar concentrators with reduced top surface losses*, 22nd European Photovoltaic Solar Energy Conference, Milano (Italy), September 2007
- B. Eling, R. Danz, I. Hausen, K. Tehrani:** *Piezoelectric polymer sensor arrays for information input devices*, IEEE SENSORS 2007 CONFERENCE, Atlanta (USA), 28.–31.10.2007
- G. Engelmann, J. Ganster, D. Gittel, B. Hager, F. Henning:** *Chemische Probleme bei der Herstellung von Gußpolyamid mit Nanopartikeln*, ProcessNet, Jahrestagung 2007, Aachen (Germany) 16.–18.10.2007
- G. Engelmann, G. Rafler, J. Ganster:** *Stärkeester in einem polymeren Zweiphasensystem*, 10. Symposium Nachwachsende Rohstoffe für die Chemie Oldenburg (Germany), 28.–29.03.2007
- K. Hettrich, W. Wagenknecht, B. Volkert, S. Fischer:** *Varianten der Acetosulfatierung von Cellulose*, Zellcheming, Wiesbaden (Germany), 25.–28.06.2007
- K. Hettrich, B. Volkert, S. Fischer:** *Characterization of xylan ethers by FT-Raman spectroscopy*, COST D29 workshop, Hamburg (Germany), 19.–20.03.2007
- A. Laschewsky, A. M. Bivigou Koumba, J. Kristen, W. Li, K. Skrabania, J. Storsberg:** *Amphiphilic Binary and Ternary Triblock Copolymers as Novel Stimulus-responsive "Smart" Surfactants*, ECIS 2007 - 21th Conference of the European Colloid and Interface Society, Geneva (Switzerland), 10.–14.09.2007
- A. Laschewsky, P. Ott, I. Dönsch, A. Fery:** *Reactive Polyelectrolytes for Crosslinkable LbL-Multilayers*, 3rd International Symposium on Reactive Polymers in Inhomogeneous Systems, in Melts, and at Interfaces, Dresden (Germany), 23.–26.09.2007
- A. Laschewsky, M. Päch, J. Kristen, J.-N. Marsat, K. Skrabania, H. von Berlepsch:** *Novel Surfactants and Surfactant Aggregates with Fluorocarbon Fragments*, 3rd European Detergency Conference, Würzburg (Germany), 10.–12.10.2007
- A. Lieske, M. Hahn, A. Laschewsky:** *Stable Inverse Emulsion Polymerization of a Cationic Monomer by Appropriate Formulation*, 5th Conference on Formulation Technology (Formula V), Potsdam (Germany), 19.–22.11.2007
- M. Pinnow, H.-P. Fink, C. Fanter, J. Kunze:** *Charakterisierung von hochporösen Material aus Cellulosecarbamate*, Zellcheming Jahrestagung, Cellulosesymposium zum Thema Struktur und Eigenschaften von Cellulose, Wiesbaden (Germany), 25.06.2007
- K. Skrabania, J. Kristen, A. Laschewsky, W. Li, J.-F. Lutz:** *Amphiphilic Blockcopolymers as Basis for Multicompartment Micelles*, Makromolekulares Kolloquium Freiburg, Freiburg (Germany), 23.–25.02.2007
- L. H. Sloof, T. Budel, A. R. Burgers, N. J. Bakker, A. Büchtemann, R. Danz, T. Meyer, A. Meyer:** *The luminescent concentrator: Stability issues*, 22nd European Photovoltaic Solar Energy Conference, Milano (Italy), September 2007

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

V. Strehmel, H. Wetzel, A. Laschewsky:

Synthesis of copolymers based on different polar methacrylates in ionic liquids, 2nd International Congress on Ionic Liquids, Yokohama (Japan), 06.–10.08.2007

V. Strehmel, E. Reynaud, A. Laschewsky:

Imidazolium Tosylates – Efficient Solvents for Free Radical Polymerization, Euromat 2007, Nürnberg (Germany), 10.–13.09.2007

M. Ulbrich, S. Radosta, W. Vorweg:

Cationic starch derivatives for paper production: adsorption behaviour and paper strength, EPNOE scientific meeting, Iasi (Romania), 07.–09.11.2007

B. Volkert, A. Lehmann:

Starch based thickening agents for personal care and surfactant systems, Formula V, Potsdam (Germany), 19.–22.11.2007

B. Volkert, J. Ganster, H. Wetzel, A. Lehmann,

T. Greco: *Neue Werkstoffe aus modifizierten Polysacchariden*, Zellcheming, Wiesbaden (Germany), 25.–28.06.2007

W. Vorweg, S. Radosta, M. Ulbrich, K. Hettrich:

Papieradditive auf Basis von Stärke, 10. Symposium Nachwachsende Rohstoffe, Oldenburg (Germany), 27.–29.03.2007

L. Wattebled, A. Laschewsky:

The Surfactants Behaviour of Dimeric, Trimeric and Tetrameric Amphiphiles, 3rd European Detergency Conference, Würzburg (Germany), 10.–12.10.2007

M. Wegener, W. Wirges, M. Paajanen

R. Gerhard: *Charging behavior and thermal stability of porous and non-porous polytetrafluoroethylene (PTFE) electrets*, Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), Vancouver (Canada), 14.–17.10.2007

Publikationen

Publications

M. Bartke, S. Kröner, A. Wittebrock,

K.-H. Reichert, I. Illiopoulos, Ch. J. Dittrich: *Sorption and diffusion of propylene and ethylene in heterophasic polypropylene copolymers*, Macromol. Symp. 259, p. 327–336 (2007)

J. Bohrisch, M. Hahn, A. Maedler, M. Stoll:

New Thermo-Sensitive Polymer Systems – Synthesis and Properties, Journal of Applied Polymer Science 104, p. 2122 (2007)

J. Bohrisch, A. Zimmermann:

Amino Starches as pH-sensitive Coatings: Synthesis and Application, Starch/Stärke 59, p. 208 (2007)

R. Cartier, L. Kaufner, B.-R. Paulke, R. Wüstneck,

S. Pietschmann, R. Michel, H. Bruhn, U. Pison: *Latex-nanoparticles for multimodal imaging and detection in vivo*, Nanotechnology, 18, p. 195102 (2007)

O. Ernst, A. Lieske, M. Jaeger, A. Lankenau,

C. Duschl: *Control of cell detachment in a microfluidic device using a thermo-responsive copolymer on a gold substrate*, Lab on a Chip 7 (10), p. 1322 (2007)

G. Garnweitner, L. M. Goldenberg,

O. V. Sakhno, M. Antonietti, M. Niederberger, J. Stumpe: *Large-Scale Synthesis of Organophilic Zirconia Nanoparticles and their Application in Organic-Inorganic Nanocomposites for Efficient Volume Holography*, SMALL 3(9), p. 1626–1632 (2007)

E. Hempel, H. Budde, S. Höring, M. Beiner:

Crystallization of frustrated alkyl groups in polymeric systems containing octadecylmethacrylate, Lecture Notes in Physics Vol. 714, p. 201–228 (2007)

K. Hettrich, W. Wagenknecht, B. Volkert,

S. Fischer, O. Hauser, W. Tabotta: *Maßgeschneiderte Cellulosesulfate zur Verkapselung von Zellen und anderen biologischen Objekten*, Handbuch Gesundheitswirtschaft, Gesundheitsstadt Berlin e.V. (Hrsg.), Medizinisch Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft (2007)

A. Holländer, M. Haupt, C. Oehr:

On Depth Profiling of Polymers by Argon Ion Sputtering, Plasma Processes and Polymers 4 (9), p. 773–776 (2007)

A. Holländer, S. Kröpke, E. Ehrentreich-Förster:

Structured R2R Functionalisation of Polymer Film Surfaces by a Xenon Excimer Lamp, Plasma Processes and Polymers 4/ S1, p. 1052–1056 (2007)

S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom,

L. Romaner, E. Zojer, N. Koch, A. Vollmer: *Improving the stability of polymer FETs by introducing fixed acceptor units into the main chain: Application to poly (alkylthiophenes)*, Chem. Mater. 19, p. 1472–1481 (2007)

R. Kinderman, L. H. Sloof, A. R. Burgers,

N. J. Bakker, A. Büchtemann, R. Danz, J. A. M. van Roosmalen: *I-V Performance and Stability Study of Dyes for Luminescent Plate Concentrators*, Journal of Solar Energy Engineering 129, p. 277–282 (2007)

R. Koepe, N. S. Sariciftci, A. Büchtemann:

Enhancing photon harvesting in organic solar cells with luminescent concentrators, Applied Physics Letters 90, p. 181126 (2007)

S. Kröner, K. Eloranta, M. F. Bergstra, M. Bartke:

Kinetic study of the copolymerisation of ethylene with a single site catalyst in propane slurry polymerisation, Macromol. Symp. 259, p. 284–294 (2007)

H. Krüger, S. Janietz, D. Sainova, D. Dobreva,

N. Koch, A. Vollmer: *Hybrid supramolecular naphthalene diimide-thiophene structures and their application in polymer electronics*, Adv. Funct. Mater. 17, p. 3715–3723 (2007)

O. Kulikovska, L. Goldenberg, J. Stumpe:

Supramolecular azobenzene based materials for optical generation of microstructures, Chem. Mat. 19, p. 3343 (2007)

A. Kumar, P. L. Dubin, M. J. Hernon, Y. Li,

W. Jaeger: *Temperature-dependent phase behavior of polyelectrolyte-mixed micelle systems*, J. Phys. Chem. B 111, p. 8468 (2007)

- A. Laschewsky**, G. Pound, K. Skrabania, H.-J. Holdt, J. Teller: *Unsymmetrical Bifunctional Trithiocarbonate as Unexpected By-product in the Synthesis of a Dithioester RAFT-Agent*, Colloid Polym. Sci. 285, p. 947 (2007)
- J.-F. Lutz**, S. Geffroy, H. von Berlepsch, C. Böttcher, S. Garnier, A. Laschewsky: *Investigation of a Dual-set of Driving-forces (Hydrophobic + Electrostatic) for the Two-step Fabrication of Defined Block-Copolymer Micelles*, Soft Matter 3, p. 694 (2007)
- J.-F. Lutz**: *1,3-Dipolar Cycloaddition of Azides and Alkynes: A Universal Ligation Tool in Polymer and Materials Science*, Angewandte Chemie International Edition 46, p. 1018 (2007)
- J.-F. Lutz**, K. Weichenhan, O. Akdemir, A. Hoth: *About the Phase Transitions in Aqueous Solutions of Thermoresponsive Copolymers and Hydrogels based on 2-(2-methoxyethoxy)ethyl Methacrylate and Oligo(ethylene glycol) Methacrylate*, Macromolecules 40, p. 2503 (2007)
- J.-F. Lutz**, H. G. Börner, K. Weichenhan: *"Click" Bioconjugation of a Well-defined Synthetic Polymer and a Protein Transduction Domain*, Australian J. of Chemistry 60, p. 410 (2007)
- J.-F. Lutz**, J. Andrieu, S. Üzgün, C. Rudolph, S. Agarwal: *Biocompatible, Thermoresponsive, and Biodegradable: Simple Preparation of "all-in-one" Biorelevant Polymers*, Macromolecules 40, p. 8540–8543 (2007)
- J.-F. Lutz**, S. Pfeifer, Z. Zarafshani: *In situ Functionalization of Thermoresponsive Polymeric Micelles using the "click" Cycloaddition of Azides and Alkynes*, QSAR & combinatorial science 26, p. 1151 (2007)
- W. C. McIntosh**, E. Hamann, R. Oertel, M. Bartke: *Estimation of kinetic parameters for the polar-modified anionic solution copolymerization of 1,3-butadiene and styrene*, Macromol. Symp. 259, p. 102–109 (2007)
- M. Mende**, S. Schwarz, G. Petzold, W. Jaeger: *Destabilization of model silica dispersions by polyelectrolyte complex particles with different charge excess, hydrophobicity and particle size*, J. Appl. Polymer Sci. 103, p. 3776 (2007)
- P. Nazaran**, V. Bosio, W. Jaeger, D. F. Anghel, R. v. Klitzing: *Lateral mobility of polyelectrolyte chains in multilayers*, J. Phys. Chem. B 111, p. 8572 (2007)
- C. Note**, J. Koetz, L. Wattebled, A. Laschewsky: *Effect of a new hydrophobically modified polyampholyte on the formation of inverse microemulsions and the preparation of gold nanoparticles*, J. Colloid Interface Sci. 308, p. 162 (2007)
- S. Pfeifer**, J.-F. Lutz: *A Facile Procedure for Controlling Monomer Sequence Distribution in Radical Chain Polymerizations*, Journal of the American Chemical Society 129, p. 9542 (2007)
- F. Pippig**, A. Holländer: *Fluorine labeling of high density NH₂ surfaces*, Applied Surface Science 253 (16), p. 6817–6823 (2007)
- R. Rosenhauer**, J. Stumpe, R. Gimenez, M. Pinol, J. L. Serrano, A. Vinuales: *All-in-one Layer: Anisotropic Emission Due to Light-induced Orientation of a Multifunctional Polymer*, Makromol. Chem., Rapid Commun. 28, p. 932–936 (2007)
- O. V. Sakhno**, L. M. Goldenberg, J. Stumpe, T. N. Smirnova: *Surface modified ZrO₂ and TiO₂ nanoparticles embedded in organic photopolymers for highly effective and UV-stable volume holograms*, Nanotechnology 18, p. 105704 (2007)
- I. Sava**, M. Bruma, T. Köpnick, B. Schulz, B. Sapich, J. Wagner, J. Stumpe: *Photoinduced optical anisotropy in new polymers containing azobenzene side groups*, High Performance Polymers 19, p. 296–310 (2007)
- S. Schwarz**, W. Jaeger, B.-R. Paulke, S. Bratskaya, N. Smolka, J. Bohrisch: *Cationic flocculants carrying hydrophobic functionalities: Applications for solid/liquid separation*, J. Phys. Chem. B 111, p. 8649 (2007)
- A. Seeboth**, A. Klukowska, R. Ruhmann, D. Löttsch: *Thermochromic Polymer Materials*, Chinese Journal of Polymer Science 25, p. 123–135 (2007)
- K. Skrabania**, J. Kristen, A. Laschewsky, Ö. Akdemir, A. Hoth, J.-F. Lutz: *Design, Synthesis and Aqueous Aggregation Behavior of Non-ionic Single and Multiple Thermoresponsive Polymers*, Langmuir 23, p. 84 (2007)
- J. Storsberg**, B.-R. Paulke, E. Görnitz, A. Laschewsky, K. Kobuch, R. Wuestneck, S. Pietschmann, N. Wuestneck, U. Pison: *Nanoscience for Medical Applications - Diagnostics, Imaging Systems and Implants*, Micromaterials and Nanomaterials 7, p. 64 f. (2007)
- L. Wattebled**, C. Note, A. Laschewsky: *Structure – property relationships of "Gemini" surfactants and synergism with hydrotropes*, Tenside Surf. Det. 44, p. 25 (2007)
- L. Wattebled**, A. Laschewsky: *Convenient Synthesis of a New Anionic Gemini Surfactant Based on EDTA and its Properties*, Colloid Polymer Sci. 286, p. 1387 (2007)
- L. Wattebled**, A. Laschewsky: *Effects of Organic Salt Additives on the Behavior of Dimeric ("Gemini") Surfactants in Aqueous Solution*, Langmuir 23, p. 10044 (2007)
- M. Wegener**: *Ferroelectrets - cellular piezoelectric polymers*, S. A. Wilson and C. R. Brown (Eds), Mater. Sci. Eng. R 56, p. 78–83 (2007)
- E. Wolarz**, E. Chrzumnicka, J. Stumpe: *Orientational Properties of 1,3,4-Oxadiazoles in Liquid Crystalline Materials by Electronic Absorption and Fluorescence Measurements*, Dyes and Pigments 75, p. 753–760 (2007)
- Y. Zakrevskyy**, J. Stumpe, C. F. J. Faul: *Light-induced optical anisotropy in photosensitive ionic self-assembly complexes*, Adv. Mat. 18, p. 2133–2136 (2007)
- Y. Zakrevskyy**, J. Stumpe, B. Smarsly, C. F. J. Faul: *Photoinduction of optical anisotropy in azobenzene containing ionic self-assembly liquid-crystalline materials*, Phys. Rev. E 75, p. 031703 (2007)

Patente

Patents

- F. Börner, G. Rafler:** *Mikroverkapselte Salzhydrate oder wässrige Phasen für Latentwärmespeicher und Verfahren,*
DE 10 2005 022 169 A1
- F. Börner, G. Rafler:** *Aminoharzschäum – seine Herstellung und Anwendung,*
DE 10 2006 001 862 A1
EP 1808454 A2
- J. Bohrisch, M. Hahn, A. Maedler, M. Stoll:** *Gelpartikel und Verfahren zu deren Herstellung,*
DE 10 2004 002 206
- J. Bohrisch, J. Storsberg, S. Bruzzano, A. Zimmermann (Fit):** *Beschichtungsmaterialien auf Stärkebasis mit kontrollierbarem Auflösverhalten, deren Herstellung und Verwendung,*
AZ: PCT/EP 2007/00614
- S. Bruzzano, J. Bohrisch, G. Pleß:** *Kohlenhydratbasierende Additive mit Klebeeffekt für wässrige Feuerlösch- und Brandschutzmittel, deren Herstellung und Verwendung,*
AZ: 10 2007 050 839.7
- M. Busch, P. Stache, L. Brink:** *Zweiwellenbandfördereinrichtung zum kontinuierlichen Fördern und Eintrag von Schnitffasern in einen Extruder,*
AZ: 10 2007 047 548.0
- R. Danz, B. Elling:** *Strahlungsmodule zur Detektion, Kontrolle und Überwachung von Lebewesen, Gegenständen sowie Stoffen und Verfahren zu ihrer Anwendung,*
DE 10 2005 040 351 B4
- H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Doß:** *Vliesstoffe und ein Verfahren zu deren Herstellung,*
DE 10 2005 029 793 B4
- H.-J. Gensrich, P. Weigel, E. Schaaf, H.-P. Fink, F. Loth:** *Verfahren zur Herstellung und Verarbeitung von Cellulosecarbamat,*
EP 1509548 B1
- K. Hettrich, W. Vorweg, K. Woll, J. Dijksterhuis:** *Hydrophobierung von Stärke und Stärkederivaten durch Reaktion mit Alkenylsäureanhydriden in wässrigen Salzlösungen,*
DE 10 2006 004 435 A1
- A. Holländer, M. Keusgen, J. Krämer, A. Ferner:** *Verfahren zur Bindung, Trennung und Identifizierung von Zellen,*
DE 10 2005 002 343 A1
WO 2006/077020 A2
- W. Jaeger, S. Bruzzano, N. Sieverling, A. Begli:** *Asymetrische tert.-Alkylazocyanocarbonsäureester von Stärken und modifizierten Stärken, Verfahren zu ihrer Herstellung, damit hergestellte Stärkepfropfcopolymere und deren Anwendung,*
EP 1412403 81
- W. Jaeger, M. Hahn, A. Lieske, H. Korth, R. Staerk, A. Scodialo:** *Verzweigte kationische Blockcopolymere,*
EP 1487890 B1
- W. Jaeger, A. Laschewsky, S. Schwarz, K. Lunkwitz, G. Petzold:** *Verfahren zur Abtrennung suspendierter Feststoffe aus wässrigen Systemen mit ionischen polymeren Flockungsmitteln,* EP 1853522
- W. Jaeger, B.-R. Paulke, S. Schwarz, M. Mende:** *Verfahren zur Abtrennung suspendierter Feststoffe aus wässrigen Systemen mit kolloidalen Flockungsmitteln,*
DE 10 2005 009 808 B4
EP 1858613
- S. Janietz, A. Wedel, R. Ruhmann, A. Voigt, G. Grützner, T. Trenkler:** *Organisches optoelektronisches Bauelement,*
DE 101 03 022 B4
- S. Janietz, H. Krüger, A. Wedel, D. Sainova:** *Verfahren zur Herstellung von halbleitenden Polymeren mit fixierten Dotiermolekülen zur Erzielung hoher Ladungsträgerbeweglichkeiten und deren Einsatz in elektronischen Bauelementen,*
DE 10 2004 007 399
- S. Janietz, A. Wedel, H. Krüger, M. Thesen:** *Verfahren zur Herstellung modifizierter Polyvinylcarbazol-Matrixmaterialien für den Einsatz in organischen Leuchtdioden mit Phosphoreszenz-Emittern,*
WO 2007/088006
- J. Lang, G. Rafler:** *Thermisch stabile Mikropartikel für die Kunststoffadditivierung und Verfahren zu ihrer Herstellung,*
DE 10 2006 016 307 A1
WO 2007/115683 A1
- A. Laschewsky, J. Storsberg, E. Görnitz, W. Müller-Lierheim:** *Polymere mit hohem Brechungsindex für ophthalmologische Anwendungen,*
WO 2007/062864 A2
- A. Seeboth, J. Kriwanek, D. Löttsch:** *Zusammensetzung zur Herstellung eines Duroplasten mit thermochromen Eigenschaften,*
EP 1603989 B1
- A. Seeboth, O. Mühling, R. Ruhmann, R. Vetter:** *Verfahren zur Herstellung eines invers schaltenden thermochromen Composites,*
AZ: 10 2007 017 791.9
- A. Seeboth, O. Mühling, R. Ruhmann:** *Anwendung von Mikro- und Nanokapseln für den Sonnenschutz,*
AZ: 10 2007 061 513.4
- J. Storsberg, S. Bruzzano, A. Laschewsky, N. Sieverling, S. Eichhorn, S. Stapel:** *Verfahren zur Herstellung von Papiererzeugnissen mit erhöhter Nassfestigkeit,*
CN 19993520 A
- J. Storsberg, A. Laschewsky, W. Müller-Lierheim:** *Monomere mit hohem Brechungsindex, deren Homo- und Copolymerisate, sowie deren Verwendung zur Herstellung von Materialien für optische Anwendungen wie z. B. ophthalmologische Implantate, optische Linsen, Beschichtungen, Filme und Fasern,*
EP 1792924 A1
WO 2007/062863 A2
- J. Stumpe, L. M. Goldenberg, O. Kulikovska:** *Film forming material for the light-induced generation of optical anisotropy and surface relief structures,*
CN 101031619 A

J. Stumpe, L. M. Goldenberg, O. Kulikovska:
*Film forming material and preparation of surface
relief and optically anisotropic structures by
irradiating a film of the said material,*
CN 101076860 A2

B. Volkert, S. Fischer, F. Loth: *Stärkephosphate
und Verfahren zu deren Herstellung,*
DE 10 2005 004 586

B. Volkert, S. Fischer, F. Loth: *Stärkephosphate
und Verfahren zu deren Herstellung,*
DE 10 2005 004 600

A. Wedel: *OLED:OFIES (Marke),*
AZ: 306 78 960.4/09

P. Weigel, F. Loth, H.-P. Fink:
*Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamat
mittels reaktiver Extrusion,*
EP 1511773 B1

P. Weigel, H.-P. Fink, R. Rihm:
Fasern und Formkörper aus Cellulosecarbamat,
JP 2007-522361

P. Weigel, H.-P. Fink:
Nonwovens aus Cellulosecarbamat,
JP 2007-522360

Y. Zakrevskyy, C. f. J. Faul, J. Stumpe:
*Film forming materials for the light induced
generation of optical anisotropy based on
Dye-Surfactant Complexes,*
Taiwan 2007 10 177