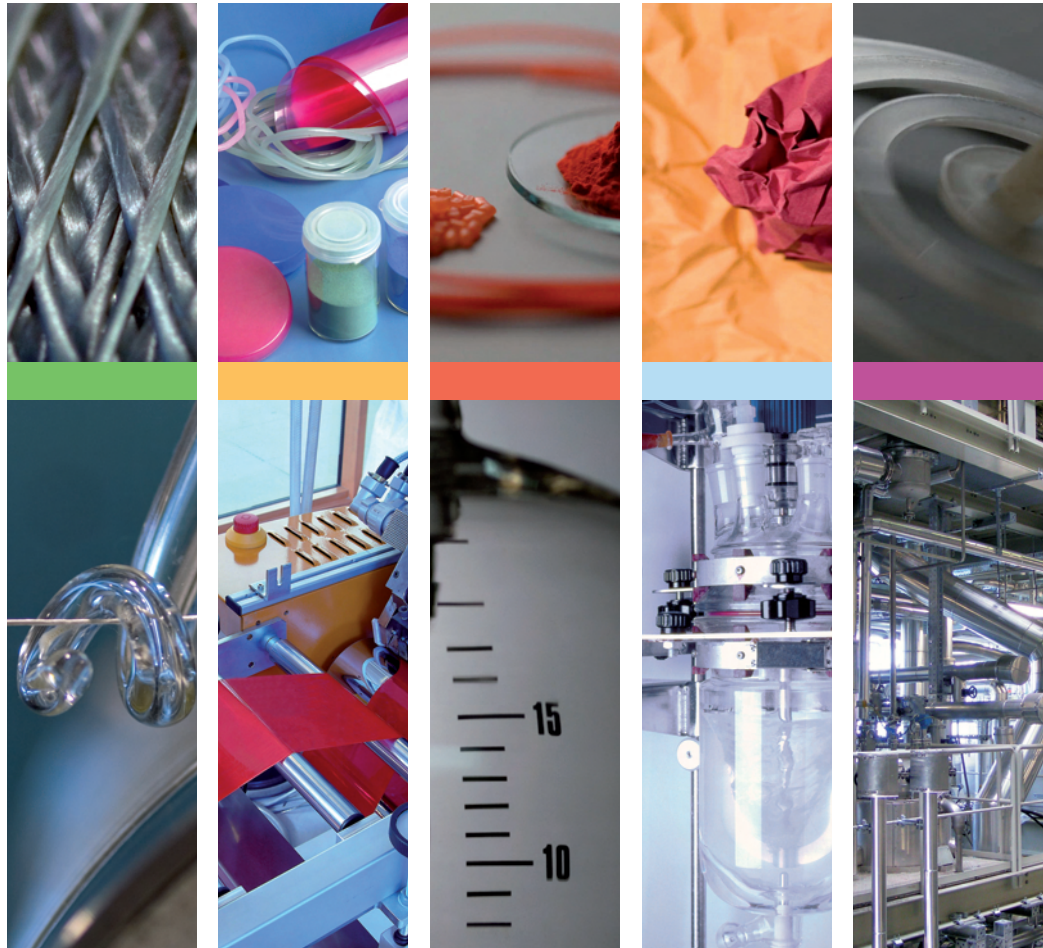




Fraunhofer
Institut
Angewandte
Polymerforschung



Jahresbericht
Annual Report **2006**

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



Kontinuität und Veränderung

Mit dem Arbeitsfeld der angewandten Polymerforschung nimmt das Fraunhofer IAP seit Jahren eine stabile, aufwärts gerichtete Entwicklung. Das Jahr 2006 konnten wir mit überdurchschnittlich guten Ergebnissen abschließen, die nicht zuletzt auf einen weiteren Anstieg der Industrieerträge zurückzuführen sind. Natürlich profitierte das Fraunhofer IAP auch von der konjunkturellen Erholung in Deutschland, die im Jahr 2006 deutlich sichtbar wurde. Eine wesentliche Voraussetzung für die positive Entwicklung des Instituts war allerdings die in den vergangenen Jahren konsequent vorangetriebene marktgerechte Ausrichtung, und zwar sowohl bei den nativen Polymeren aus nachwachsenden Rohstoffen als auch bei den synthetischen Polymeren für klassische und neue Anwendungen.

Eine Spezialität des Instituts ist die Übertragung von Laborergebnissen aus Forschung und Entwicklung in den Technikumsmaßstab. So erhalten unsere Kunden bewertbare Verfahren und Produkte, wie z. B. das Cellulose-Meltblown-Nonwovens-Verfahren. Diese weltneue Technologie wurde gemeinsam mit Industriepartnern aus Deutschland und den USA im Pilotanlagenmaßstab entwickelt und ist seit Herbst 2006 auf dem Markt.

Mit der Inbetriebnahme von zwei neuen Syntheselinien im Pilotanlagenzentrum Schkopau, einer gemeinsamen Einrichtung der Fraunhofer-Institute für Angewandte Polymerforschung (IAP) und Werkstoffmechanik (IWM), sind wir dem Wunsch unserer Kunden nach größtmöglicher Anwendungsnähe gefolgt. Neben den traditionellen Arbeitsgebieten der Polymersynthese und -technik geben aber auch die jungen, zukunftssträchtigen Felder der polymeren Funktionsmaterialien Anlass zu Optimismus. In diesem Bereich, der

etwa ein Drittel der Forschungskapazität des Fraunhofer IAP ausmacht, helfen Fraunhofer-interne Programme dabei, Vorlauf und Voraussetzungen für die Vermarktung von z. B. polymeren Leuchtdioden, chromogenen Materialien, neuen Sensoren oder bioaktiven Oberflächenmaterialien zu schaffen.

Die beschriebene Entwicklung des Fraunhofer IAP ist eng verbunden mit dem Wirken des ehemaligen Institutsleiters Dr. Ulrich Buller, der am 1. Juni 2006 vom Senat der Fraunhofer-Gesellschaft in den Vorstand der Gesellschaft gewählt wurde. Diese Veränderung und weitere Umstrukturierungen infolge des Ausscheidens von leitenden Mitarbeitern bewerkstelligte die neue Institutsleitung mit dem Führungskreis glatt und ohne Reibungsverluste. Die bisher angestrebte Entwicklung des Fraunhofer IAP, die auf Kontinuität und Veränderung, Bewahrung ertragreicher Felder und Aufbau neuer Arbeitsrichtungen beruht, wird auch von der neuen Institutsleitung ohne Bruch weitergeführt. Hierzu gehört eine in 2006 weiterentwickelte Konzeption für die inhaltliche und bauliche Erweiterung des Instituts in Form eines Anwendungszentrums für fortgeschrittene Polymertechnologien.

Das Jahr 2006 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.

An dieser Stelle bedanke ich mich herzlich bei allen, die zu dieser Entwicklung beigetragen haben, bei unseren Kunden, unseren F&E-Partnern und Förderern für das in uns gesetzte Vertrauen. Ein besonderer Dank gilt den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Fraunhofer IAP, deren Einsatz und Ideen der Motor des Erfolgs sind.

Continuity and change

In the field of applied polymer research, the Fraunhofer IAP has been on a steady upward trend for many years. In 2006, we finished with above-average results, which can be attributed in large part to a further increase in industry revenues. Of course, the Fraunhofer IAP also benefited from the economic recovery in Germany in 2006. A crucial factor in the Institute's positive progress over recent years has been its systematically pursued market orientation in developing materials for new and established applications on the basis of both native polymers from renewable resources and synthetic polymers.

The Fraunhofer IAP specializes in scaling up laboratory results from research and development to the pilot-plant stage. In this way, our customers obtain assessable processes and products, such as cellulose meltblown nonwovens technology. This world-first technology was developed to pilot-plant scale in collaboration with industrial partners from Germany and the USA. It has been on the market since autumn 2006.

With the commissioning of two new synthesis lines in the Pilot Plant Center at Schkopau, a joint initiative by the Fraunhofer Institutes for Applied Polymer Research (IAP) and Material Mechanics (IWM), we have followed the wishes of our customers for greater application orientation. Alongside the traditional areas of polymer synthesis and technology, the young field of polymer functional materials is also very promising. In this research sector, which accounts for about one-third of the Fraunhofer IAP's research capacity, Fraunhofer internal programs are helping create the right pre-conditions for marketing products such as polymer light-emitting diodes, chromogenic materials, new sensors and bioactive surface materials.

The development of the Fraunhofer IAP described above owes a great deal to the activities of the former director, Dr. Ulrich Buller, who was elected by the Senate to the Executive Board of the Fraunhofer-Gesellschaft on June 1, 2006. This change, along with other reorganizations due to the retirement of leading staff members, was accomplished by the new steering committee and the management team without any problems. The present strategy of the Fraunhofer IAP, which is based on continuity and change, preservation of profitable fields and development of new research directions, will be taken forward by the new steering committee. It includes a plan, further developed in 2006, to expand the Institute by building an application center for advanced polymer technologies. This not only represents a physical expansion but also widens the content of the Institute's work.

The year 2006 showed once again that the Fraunhofer IAP combines and utilizes its competences in biopolymers and synthetic polymers in a unique way. This potential, along with the new horizons opened up by polymer functional materials in technical and biomedical applications, enables us to look forward with great confidence to the future.

At this point, I would like to sincerely thank all the people who contributed to our development, our customers, R&D partners and sponsors, for placing their trust in us. Special thanks go to the employees of the Fraunhofer IAP, whose dedicated commitment and ideas are the engine of our success.



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

Inhaltsverzeichnis

Contents

■	Das Institut	
	<i>The Institute</i>	6
	Das Fraunhofer IAP im Überblick	
	<i>Overview of the Fraunhofer IAP</i>	8
	Kuratorium	
	<i>Board of trustees</i>	10
	Das Institut in Zahlen	
	<i>The Institute in figures</i>	11
	Organigramm	
	<i>Organigram</i>	12
	Ansprechpartner	
	<i>Contact persons</i>	14
	Fraunhofer-Forschung 2006	
	<i>Fraunhofer research 2006</i>	16
	Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile	
	<i>Fraunhofer materials and components alliance</i>	18
■	Native Polymere	
	<i>Natural polymers</i>	20
	Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP	
	<i>Biopolymer research at the Fraunhofer IAP</i>	22
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	26
	Perlcellulose	
	<i>Cellulose beads</i>	30
	Kationische Stärkederivate für den Massezusatz bei der Papierherstellung	
	<i>Cationic starch derivatives for wet-end application in paper production</i>	32
	Cellulosische Meltblown Nonwovens	
	<i>Meltblown nonwovens based on cellulose</i>	34
	Faserverstärkte Biokomposite	
	<i>Fiber-reinforced biocomposites</i>	36
■	Funktionale Polymersysteme	
	<i>Functional polymer systems</i>	38
	Funktionalisierte Polymere, intelligente Materialien für die Zukunft	
	<i>Functional polymers, intelligent materials for the future</i>	40
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	44
	Herstellung und Charakterisierung von zellulären Polypropylenfolien	
	<i>Preparation and characterization of cellular polypropylene films</i>	46
	Phosphoreszente OLED-Materialien mit Polystyrenhauptkette	
	<i>Phosphorescent OLED materials with polystyrene main chain</i>	48
	Polymere fangen Mikroorganismen aus Getränken	
	<i>Polymers capture microorganisms in beverages</i>	50
	Entwicklung voll-optisch strukturierbarer Materialien	
	<i>New materials for all-optical patterning</i>	52
	Extrudierbare thermochrome Kunststoffe	
	<i>Extrudable thermochromic polymers</i>	54
	Polarisierte Fluoreszenz als fälschungssicheres Sicherheitsmerkmal	
	<i>Anti-counterfeit security labels based on polarized fluorescence</i>	56

■	Synthese- und Polymertechnik	
	<i>Synthesis and polymer technology</i>	58
	Polymerbausteine aus erneuerbaren Ressourcen	
	<i>Polymer components based on renewable resources</i>	60
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	64
	Mikroverkapselte probiotische Bakterien für den Lebensmittelbereich (FLOCAP)	
	<i>Microencapsulated probiotic bacteria for the food sector (FLOCAP)</i>	66
	Nanokomposite	
	<i>Nanocomposites</i>	68
	Weiße Biotechnologie für die Polyestersynthese	
	<i>White biotechnology for polyester synthesis</i>	70
■	Wasserbasierende Polymersysteme	
	<i>Water-born polymer systems</i>	72
	Innovation durch wasserbasierende Polymersysteme	
	<i>Innovation through water-born polymer systems</i>	74
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	78
	Intelligente Verkapselung mit modifizierten Stärken	
	<i>Smart coatings with modified starches</i>	80
	Variabel beladbare Polymer-Nanopartikel für die bildgebende Diagnostik	
	»Multimodal imaging« with variously loaded, polymeric nanoparticles.....	82
	Anti-Graffiti-Beschichtungen für den Denkmalschutz	
	<i>Anti-graffiti coatings for protecting cultural heritage</i>	84
	Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science«	
	»Nanotechnology for life science« Research Group.....	86
■	Pilotanlagenzentrum Schkopau	
	<i>Pilot Plant Center Schkopau</i>	88
	Kunststoffentwicklung im Pilotmaßstab	
	<i>Plastics development in the pilot-plant level</i>	90
	Anwendungen und Dienstleistungen	
	<i>Applications and services</i>	94
	Material- und anlagenspezifische Entwicklungen in den Verarbeitungslinien	
	<i>Material and plant-specific developments in processing lines</i>	96
■	Namen, Daten, Ereignisse	
	<i>Names, Data, Events</i>	98
	Laboraustattung	
	<i>Laboratory equipment</i>	100
	Wissenschaftliche Zusammenarbeit	
	<i>Scientific cooperation</i>	104
	Ereignisse	
	<i>Events</i>	106
	Graduierungsarbeiten	
	<i>Theses</i>	107
	Präsentationen und Publikationen	
	<i>Presentations and publications</i>	110
	Patente	
	<i>Patents</i>	115
	Anreise	
	<i>Arrival</i>	116





Das Institut
The Institute

Das Fraunhofer IAP im Überblick
Overview of the Fraunhofer IAP

Kuratorium
Board of trustees

Das Institut in Zahlen
The Institute in figures

Organisation und Schwerpunkte
Organization and key aspects

Ansprechpartner
Contact persons

Fraunhofer-Forschung 2006
Fraunhofer research 2006

Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile
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 Polymeren werden im Fraunhofer IAP neue Produkte und umweltfreundliche Produktionsverfahren entwickelt. Die Produktpalette umfasst u. a. Cellulosederivate 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 Polymer-

synthese können leistungsstärkere, oder auch kostengünstigere Materialien mit charakteristischen Merkmalen entstehen. Durch Optimierung der Prozessparameter werden am Fraunhofer IAP klassische Kunststoffe weiterentwickelt, bzw. mit neuen Eigenschaften versehen. Selbstverständlich werden alle Änderungen analytisch verifiziert, auch die anschließende Verarbeitung zum fertigen Produkt kann durch das 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, zukunftsträchtiges 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, Papier- 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 bio-based 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 semi-conducting 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-borne 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-borne 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 *Board of trustees*

Das Kuratorium berät und unterstützt die Organe der Fraunhofer-Gesellschaft sowie die Institutsleitung. Mitglieder des Kuratoriums in 2006 waren:

The Board of trustees advises and supports the Fraunhofer-Gesellschaft as well as the Institute's director. The following persons were members of the Board of trustees in 2006:

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

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

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

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

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

Herr Prof. Dr. G. Koßmehl,
Stellvert. Vorsitzender des Kuratoriums,
Berlin

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

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

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

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

Herr Prof. Dr. R. Mitzner,
Potsdam

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

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

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

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

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

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

Frau K. Pistor,
Referat »Grundsatzfragen der Bund-
Länder-finanzierten Forschungsförde-
rung, außeruniversitäre Forschungs-
einrichtungen«, Ministerium für
Wissenschaft, Forschung und Kultur
des Landes Brandenburg, Potsdam

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

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

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

Das Institut in Zahlen The Institute in figures

Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt betrug im Jahr 2006 etwa 10,8 Mio Euro. Gegenüber dem Vorjahr stieg er um 0,8 Mio Euro.

Ertragsstruktur

Die Wirtschaftserträge im Jahr 2006 betragen 4583 T Euro. Das entspricht 42,4 Prozent des Betriebshaushalts. Die Erträge setzten sich wie folgt zusammen (in T Euro):

Wirtschaftserträge	4 583
Forschungsförderung DFG	107
Vertragsforschung BMVEL/FNR	725
Vertragsforschung BMBF	2 317
Vertragsforschung BMWA	584
Vertragsforschung EU	346
Sonstige Erträge	427
Grundfinanzierung	1 727

Investitionshaushalt

Das Investitionsvolumen betrug insgesamt 2,3 Mio Euro, davon wurden 1,1 Mio Euro für das Pilotanlagenzentrum in Schkopau verwendet.

Mitarbeiterentwicklung

Ende 2006 waren im Fraunhofer IAP insgesamt 164 Personen beschäftigt.

Stammpersonal	122
davon:	
Wissenschaftliche Mitarbeiter	63
Technische Mitarbeiter	50
Verwaltung	9
Nachwuchs	42
davon:	
Doktoranden	15
Auszubildende	10
Hilfskräfte	11
Praktikanten	6

Institute's budget

In 2006 the Institute's budget amounted to about 10.8 million Euros. In contrast to the previous year it increased by 0.8 Mio Euros.

Revenues

In 2006 the industrial revenues amounted to 4583 thousand Euros or 42.4 percent of the budget. The revenues are composed as listed (in thousand Euros):

Industrial revenues	4 583
Research funding DFG	107
Contract research BMVEL/FNR	725
Contract research BMBF2	317
Contract research BMWA	584
Contract research EU	346
Miscellaneous revenues	427
Basic funding	1 727

Capital budget

The investment volume amounted to 2.3 million Euros. Thereof, 1.1 million Euros were used for the Pilot Plant Center in Schkopau.

Human resources

At the end of 2006, the Fraunhofer IAP employed 164 people.

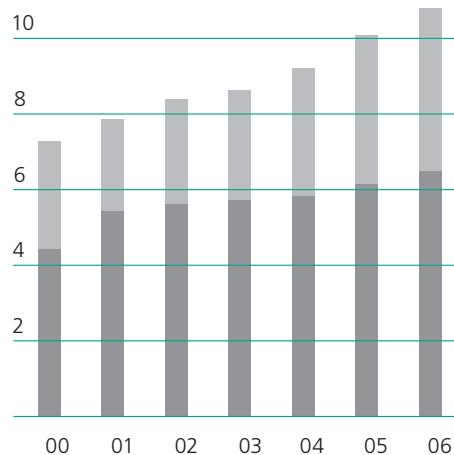
Permanent staff	122
thereof:	
Scientific staff	63
Technical staff	50
Administration	9
Junior staff	42
thereof:	
Ph.D. students	15
Apprentices	10
Back staff	11
Trainees	6

Kontakt Contact



Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand
Verwaltungsleiterin Head of administration
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-11 57
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 57
marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de

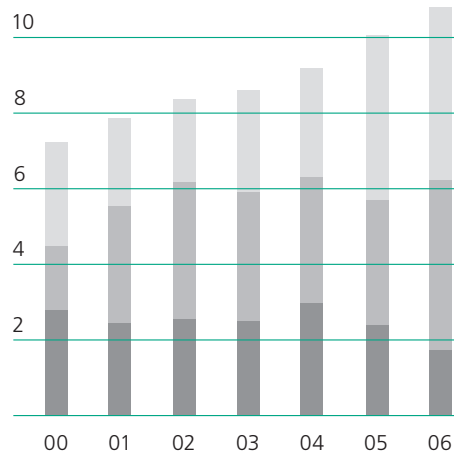
12 Mio Euro



Institute's budget 2006

■ Material costs (4328 T Euros)
■ Personnel costs (6488 T Euros)

12 Mio Euro

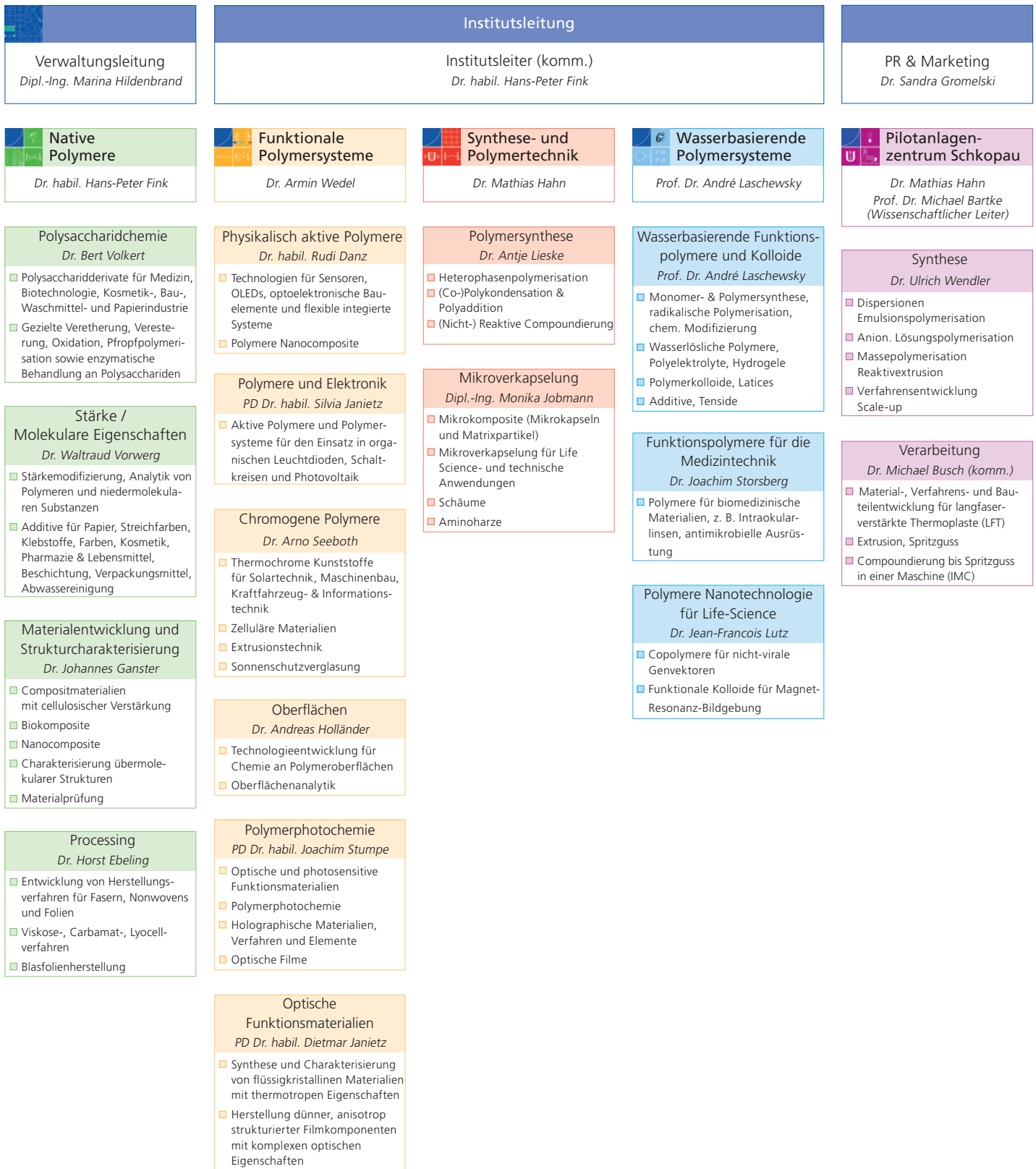


Revenues 2006

■ Industry
■ Public setor
■ Basic funding

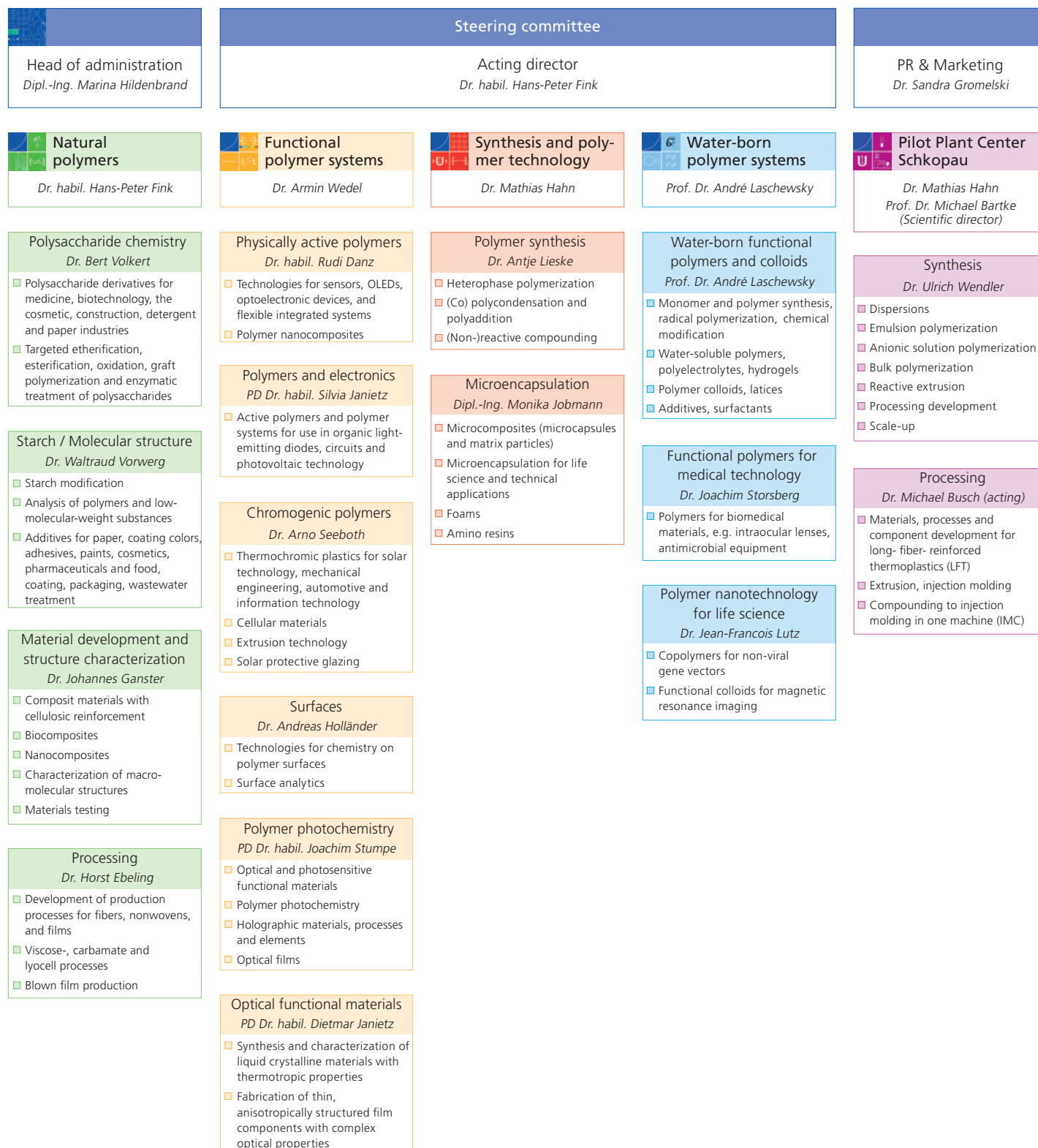
Organisation und Schwerpunkte

Stand Mai 2007



Organization and key aspects

Status May 2007



Administration

Scientific services
Information and communication systems & data processing organization

Plant engineer & building services

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

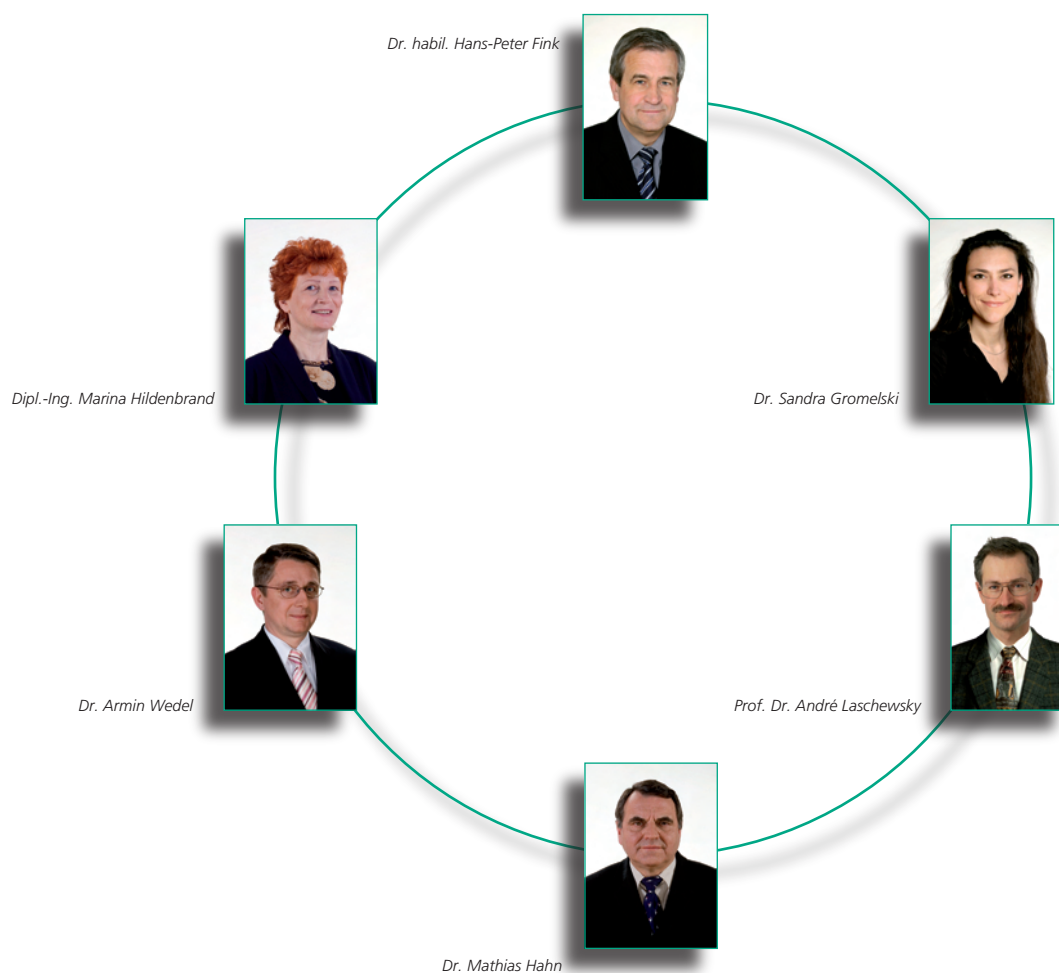
Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand Tel.: +49 (0) 331 / 568-1157 E-Mail: marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de

PR & Marketing


Dr. Sandra Gromelski Tel.: +49 (0) 331 / 568-1151 E-Mail: sandra.gromelski@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 departments

 Native Polymere
Natural polymers

Dr. habil. Hans-Peter Fink	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1110	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
Funktional polymer systems

Dr. Armin Wedel	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1910	E-Mail: armin.wedel@iap.fraunhofer.de
<i>Dr. habil. Rudi Danz</i>	Tel.: +49 (0) 331 / 568-1915	E-Mail: rudi.danz@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-born 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>Dr. Michael Busch (Halle)</i>	Tel.: +49 (0) 345 / 5589-111	E-Mail: michael.busch@iwmh.fraunhofer.de
<i>(Schkopau)</i>	Tel.: +49 (0) 3461 / 2598-310	

Fraunhofer-Forschung 2006

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.

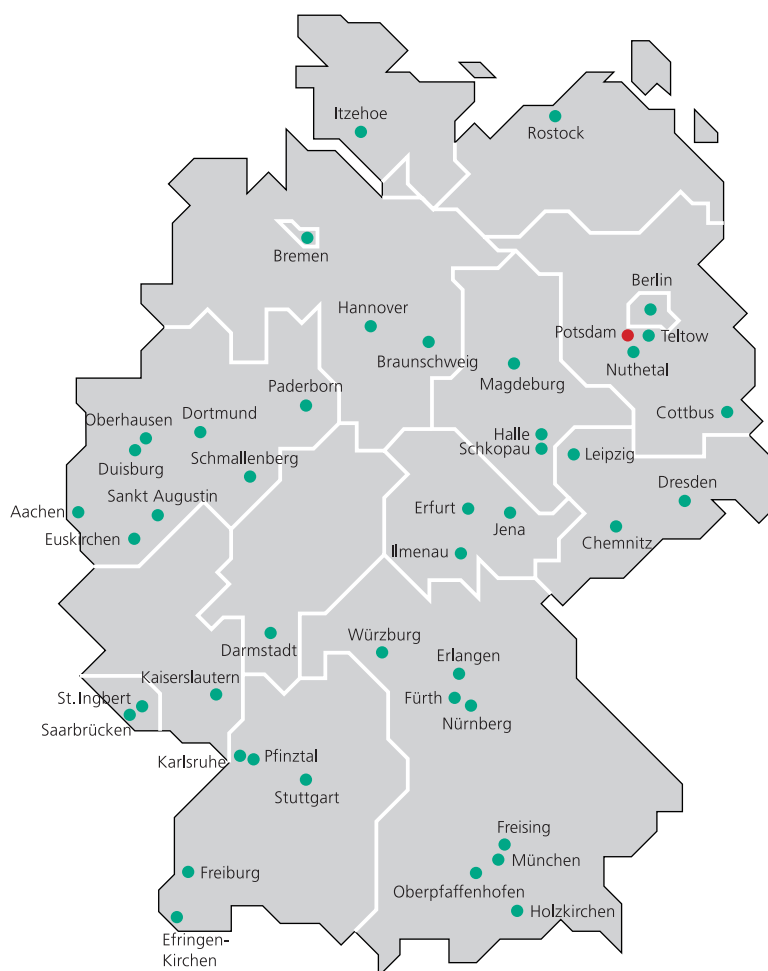
Ihren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern bietet die Fraunhofer-Gesellschaft die Möglichkeit zur fachlichen und persönlichen Entwicklung für anspruchsvolle Positionen in ihren Instituten, in anderen Bereichen der Wissenschaft, in Wirtschaft und Gesellschaft. Studentinnen und Studenten an Fraunhofer-Instituten 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. 12 500 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, überwiegend mit natur- oder ingenieurwissenschaftlicher Ausbildung, bearbeiten das jährliche Forschungsvolumen von 1,2 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.



Fraunhofer research 2006

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 12,500 staff are qualified scientists and engineers, who work with an annual research budget of € 1.2 billion. Of this sum, more than € 1 billion 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)

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

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

Mittelfristige Schwerpunktthemen des 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
- Silicidforschung 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

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

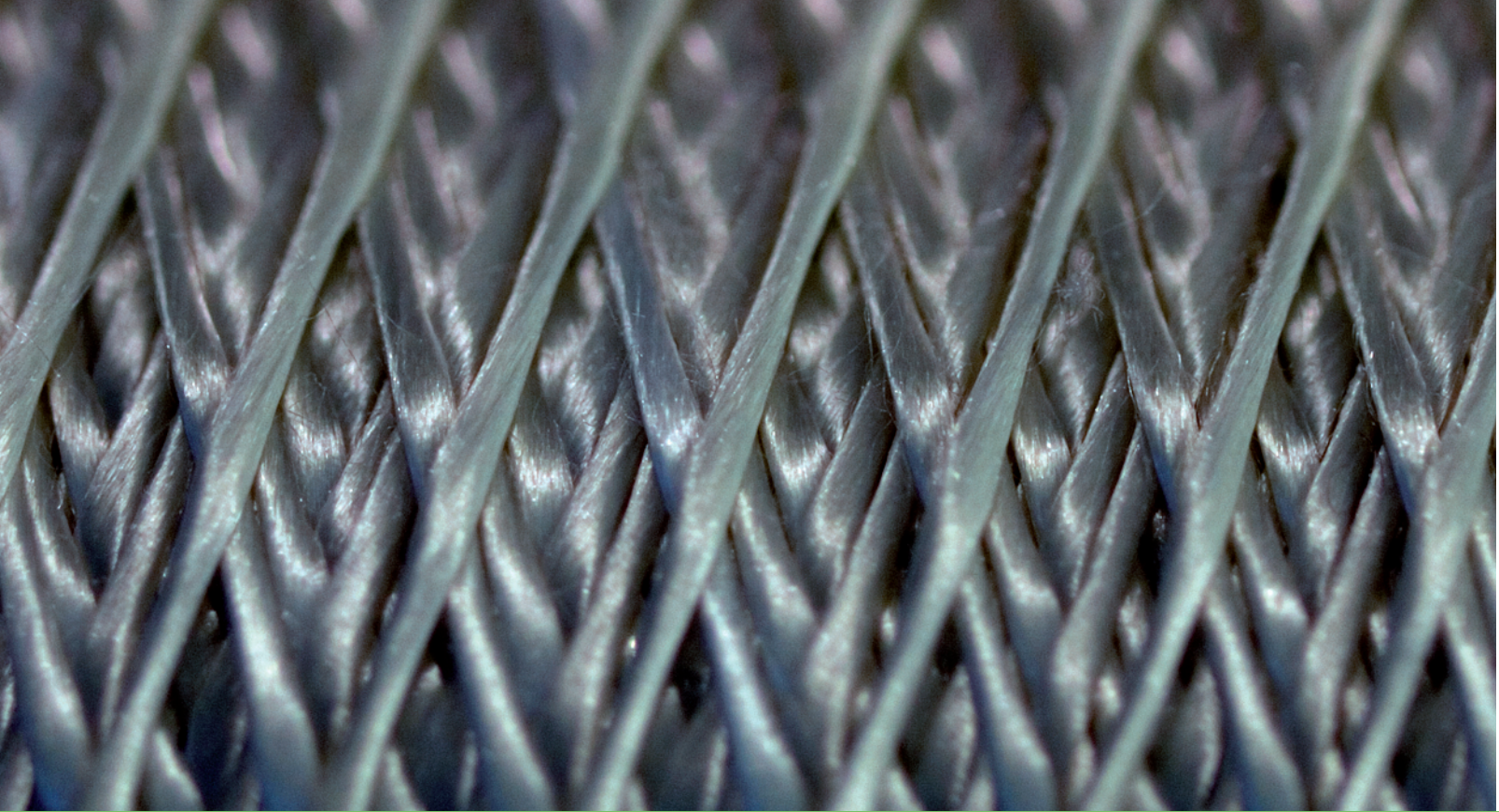
Deputy chairman:

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



pioneers in polymers

pioneers in polymers



Native Polymere *Natural polymers*

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP

Biopolymer research at the Fraunhofer IAP

Anwendungen und Dienstleistungen

Applications and services

Perlcellulose

Cellulose beads

Kationische Stärkederivate für den Massezusatz bei der Papierherstellung

Cationic starch derivatives for wet-end application in paper production

Cellulosische Meltblown Nonwovens

Meltblown nonwovens based on cellulose

Faserverstärkte Biokomposite

Fiber-reinforced biocomposites

Biopolymerforschung im Fraunhofer IAP

Vor dem Hintergrund der zunehmenden Verknappung und Verteuerung fossiler Ressourcen gewinnt das im Fraunhofer IAP bearbeitete Gebiet der Biopolymere eine zunehmende Bedeutung. Einen traditionellen 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 Regeneratcelluloseprodukte (u.a. Fäden, Folien, Schwämme, Membranen) und zum anderen vielfältig einsetzbare Cellulose-derivate (Thermoplaste, Fasern, Zigarettenfilter, Klebstoffe, Bauhilfsstoffe, Bohrmittel, Hygieneprodukte, 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. 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 Stärkelforschung, 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 Rübenschneitzeln 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 erdölunabhängige Kunststoffe haben. 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 Eigenschaften 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 up-scaling 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 stellen 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, eine überdurchschnittlich wachsende 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 dem flüssigkristallinen System von Cellulosecarbamid in NMMO/Wasser, wobei die Herstellung von Hochfestfäden und Nonwovens aus diesem System zum Patent angemeldet wurde.

Neue spritzgussfähige Commodity-Materialien

Im Fraunhofer IAP wurden höherbelastbare Composite mit Cellulose-regenerat-Fasern (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 übertragende 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 hervorzuheben ist. Im Papierverbund der FNR/BMVEL werden in enger Zusammenarbeit von PTS, Fraunhofer IAP und mehreren Firmen der Stärke- und Papierindustrie attraktive Zielstellungen verfolgt, die nicht nur die Qualität verschiedener Endprodukte verbessern,

sondern auch positive Auswirkungen auf die Ökonomie und Ökologie der Herstellungsverfahren realisieren sollen. Für die Verfahrensoptimierung der Oberflächenleimung von Papier und Karton werden produktimmanente und verfahrenstechnische Parameter beim Aufschluss und bei der Verarbeitung von Stärke untersucht. Zusammenhänge zwischen molekularer Struktur der Stärke einerseits und Eigenschaften wie Bindekraft, Viskosität und Penetration andererseits werden mit den Papiereigenschaften korreliert. Eine Fragestellung beschäftigt sich mit den Auswirkungen unterschiedlicher Bedingungen bei der Herstellung kationischer Stärken auf deren Eigenschaften und auf relevante Prozess- und Qualitätsparameter bei der Papierherstellung. Einen weiteren Schwerpunkt bildet die Optimierung von Stärkeklebstoffen für die Herstellung von Wellpappe im Hinblick auf die Verbesserung der Prozesssicherheit, der Produktivität und der Qualität.

Biopolymer research at the Fraunhofer IAP

With the growing scarcity and rising price of fossil resources, biopolymers are becoming an increasingly important research field. Traditionally, research activities have been centered on polysaccharides such as cellulose, hemi-cellulose, starch and chitin, which have almost inexhaustible potential for sustainable industrial use. Cellulose is the most frequently occurring biopolymer on the planet and an important industrial raw material in the form of dissolving pulp. It is processed into regenerated cellulose products, such as fibers, films, sponges and membranes, and, in the form of versatile cellulose derivatives, into thermoplastics, fibers, cigarette filters, adhesives, building additives, cutting oils, hygiene products, pharmaceutical components, etc. However, processing of cellulose presents some problems, because this polymer cannot be melted and is insoluble in common solvents. This creates a need for research in a range of areas, from improving existing processes and products to developing fundamentally new solutions and applications. In addition to cellulose, starch is an indispensable resource with a long tradition. The many different functional properties of starch are used in both the food sector and technical applications in the non-food sector. The latter include additives for paper manufacture, construction materials, fiber sizes, adhesives, fermentation, bioplastics, cleaning agents, and cosmetic and pharmaceutical products. The global demand for modified starch is increasing, which places growing pressure on starch research to develop suitable products and processes. To further our aim of maximizing utilization of the biomass for materials, we have built up extensive competence on lignin in recent years and also investigated the use of sugar beet pulp for polyurethane production. Besides natural polymers, the Fraunhofer IAP is focusing increasingly on biobased polymers, such as

PLA, synthesized from biotechnologically produced monomeric units. These polymers are thought to offer great potential as sustainable plastic materials. With its comprehensive expertise in the field of natural polymers and renewable resources and longstanding experience and knowledge of polymer synthesis, the Fraunhofer IAP has excellent qualifications to carry out product and process development in various areas of biopolymers, ranging from applied basic research in the laboratory to pilot-plant operation.

Structure and properties of raw materials and industrial products

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

Cellulose derivatives as specialties

The derivatization of cellulose on an industrial scale is generally carried out by heterogeneous reactions. A key requirement for derivatization is to

break the hydrogen bridge bonds in a process known as activation. At the Fraunhofer IAP we have extensive experience with activation processes (using caustic soda, urea, enzymes, molten salts, etc.). Our developments in specialty products and cellulose derivatives for applications in the life science sector include separation and carrier materials in bead form, new 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 the manufacture of 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.

Regenerated cellulose technologies: fibers, films and nonwovens

Another important focus of the Institute's activities is on regenerated cellulose technologies. Besides the viscose process, environment-friendly alternatives such as Lyocell technology and the carbamate process for production of fibers, films and nonwovens are being further developed. As a specialist in viscose technology, the Fraunhofer IAP can provide assistance with raw material deployment, detailed improvements or optimum use of chemicals.

On the basis of the environment-friendly Lyocell process, we have developed a blown film process, which can be used to produce sausage casings, packaging materials and membranes. Cellulosic fibers with their unique properties are ideally suited to the production of non-wovens. Together with industry partners, the Fraunhofer IAP has recently developed Lyocell-based meltblown nonwoven technology, a world first, which is offered for commercialization (see article). Another highly promising approach is based on the liquid crystalline system of cellulose carbamate in NMMO/water. The use of this system to produce high tenacity filament yarns and nonwovens is the subject of a patent application.

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

At the 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 the newly developed cellulosic fiber-PP composites – while being more lightweight than glass-fiber-reinforced plastics – have excellent impact strength. In preparation for their intended field of application, these new injection moldable commodity plastics are undergoing material optimization. Our Institute is also involved in a project with an industry partner to develop visible automotive components based on these materials. By combining cellulosic staple fibers with biobased matrix polymers, such as PLA or PHA, unique, fully biobased composites of high quality can be produced (see article).

Functionalization of starch

Starch research activities at the Fraunhofer IAP arise from industry's need to adapt this raw material to the requirements of different applications and processes. There is a demand for the special properties of starch, such as water solubility, water-binding capacity and viscosity development, but also a requirement for starch films with inhibited swelling behavior and restricted water vapor permeability. Investigating new ways to modify starch and introduce innovations into the starch industry and chemical production is one promising area of activity. The use of different technologies, such as batch and pressurized reactors, kneaders and extruders, forms the basis of this work. Different methods are used to prepare dispersions and solutions for the processing and application of starch products. Particular mention should be made of jet cooking under simulated industrial conditions. In the Paper Program of the German Renewable Resources Agency/Ministry of Consumer Protection, Food and Agriculture (FNR/BMVVEL), the 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 manufacture, product and processing parameters involved in the dissolution and processing of starch are being studied. Relationships between the molecular structure of starch and properties such as binding force, viscosity and penetration are being correlated with paper properties. One line of research is concerned with the effects of different processing conditions in the manufacture of cationic starches on their properties and on relevant process and

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

Anwendungen und Dienstleistungen

Celluloseprodukte

- Cellulosederivate aller Art
- Perlcellulosen 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 Schlammentwässerung
- 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

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 Fällen 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

Cellulosische Verstärkungsfasern

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

Rohstoffuntersuchung, Materialcharakterisierung und -prüfung

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

Kontakt *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

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

Cellulose reinforcing fibers

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

Feedstock analysis, material characterization and testing

- characterization of cellulose and starch feedstocks
- 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

Perlcellulose

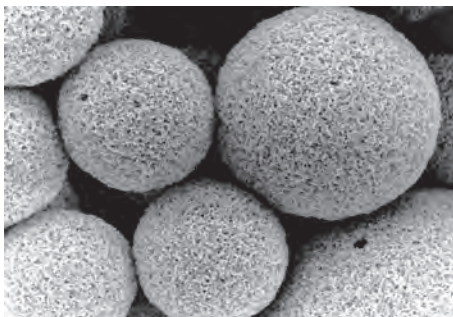


Fig. 1: Bead cellulose with porous and smooth surface.

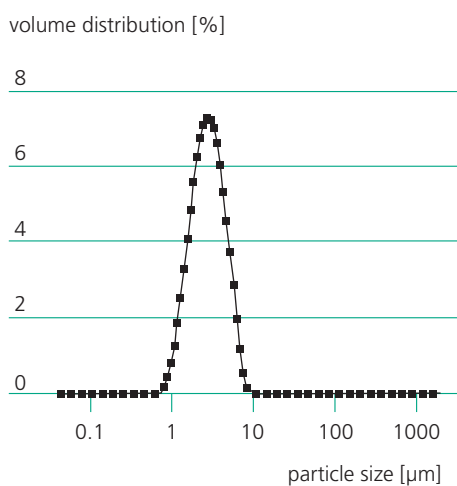


Fig. 2: Particle size distribution of bead cellulose.

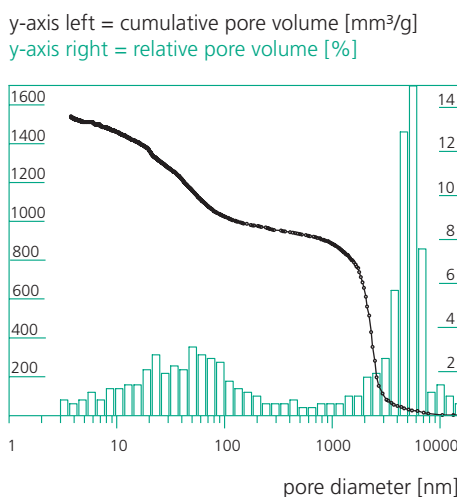


Fig. 3: Pore size distribution of bead cellulose as cumulative (black line) and relative (green columns) pore volume.

Perlcellulose ist eine besondere Form von regenerierter Cellulose. Charakteristische Merkmale sind: kugelförmige Teilchen mit definierter Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung, hochporöse Struktur, große spezifische Oberfläche, hydrophile Eigenschaften, chemische Reaktivität und hohe mechanische Festigkeit.

Es gibt verschiedene Herstellungsverfahren für Perlcellulose, die sich durch unterschiedliche Cellulose-Ausgangsmaterialien und Lösungsmittel unterscheiden. Eine allgemeine Vorschrift besteht in folgenden Schritten: Emulgieren einer Cellulosederivat-Lösung, Gelierung der Tröpfchen, Abspaltung der Substituenten, Waschen und Fraktionierung. Für die Herstellung von Perlcellulose werden z. B. die Cellulosederivate Cellulosexanthogenat (Viskose) oder Celluloseacetat eingesetzt. Je nach Ausgangsmaterial werden Partikelgrößen im Bereich 30-100 µm für Viskose und 5-20 µm für Cellulose-triacetat-perlen erreicht. Ein deutlicher Nachteil dieser Verfahren ist die Verwendung von Chlorkohlenwasserstoffen als Lösungsmittel. Außerdem ist es schwierig, Produkte mit kleiner Partikelgröße, schmaler Partikelgrößenverteilung und einstellbarer Morphologie herzustellen.

Herstellung von Perlcellulose aus Celluloseacetat

Am Fraunhofer IAP wurde ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Perlcellulose aus Celluloseacetat entwickelt [1]. Dabei wird Cellulose-2,5-acetat in einem mit Wasser nicht oder nur schlecht mischbaren Lösungsmittel wie Methyl- oder Ethylacetat gelöst. Zur Bildung von feinen Celluloseacetat-tröpfchen wird diese Lösung unter starkem Rühren mit einer in Wasser gelösten oberflächenaktiven Substanz, einem Schutzkolloid und einer bestimmten

Menge an Salz gemixt. Anschließend wird das Lösungsmittel abgedampft und die gebildeten Acetatpartikel werden in der Zentrifuge mit Wasser gewaschen. Zur Bildung der Celluloseperlen ist ein abschließender Deacetylierungsschritt erforderlich. Durch dieses Verfahren wird die Herstellung von Perlcellulose mit vollkommen kugelförmiger Gestalt möglich. In Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen ist die Oberflächenstruktur der Perlen einstellbar. Sie kann gleichmäßig porös (Fig. 1) oder wellig und runzelig sein. Die Partikelgröße liegt im Bereich von 1-20 µm bei einer engen Verteilung (Fig. 2). Weiterhin ist es möglich, größere Perlen mit einem Durchmesser von bis zu 50 µm herzustellen. Durch Anwendung dieser Herstellungsmethode kann auch eine definiert einstellbare Porenstruktur erzielt werden. In Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen besitzt das Innere der Perlen eine unterschiedliche Porengrößenverteilung (Fig. 3).

Anwendungen von Perlcellulose

Perlcellulose ist in vielen Bereichen einsetzbar, hauptsächlich jedoch in der Festphasentechnik, der Flüssigchromatographie, der Immobilisierung von Enzymen oder Ionenaustauschprozessen [2, 3, 4]. Die nach dem Celluloseacetatverfahren hergestellte Perlcellulose wurde nach chemischer Modifizierung und Anbindung von speziellen Substanzen für die Blutreinigung eingesetzt [5]. Erste Untersuchungen zur kontrollierten Freisetzung von Modellarzneistoffen wurden in vitro durchgeführt. Dazu wurde nach einer chemischen Modifizierung (Dialdehyd-, Carboxymethyl- oder Dihydrogenphosphat-Perlcellulose) das Bindungsverhalten von Benzocain und Prozosinhydrochlorid als Modellsubstanzen untersucht.

Cellulose beads

Bead cellulose is a special kind of re-generated cellulose. The characteristics of bead cellulose are: spherical particles with a defined particle size and particle size distribution, highly porous structure, large specific surface area, hydrophilic properties, chemical reactivity, and high mechanical strength.

There are various methods of preparing bead cellulose, which differ in the cellulose raw materials and solvents used. The general preparation procedure includes the following steps: emulsification of a cellulose derivative solution, gelation of droplets, cleavage of substituents, washing and fractionation. Examples of cellulose derivatives used in the preparation of bead cellulose are cellulose xanthogenate (viscose) and cellulose acetate. Depending on the starting material, particle size ranges from 30-100 μm for viscose and 5-20 μm for cellulose triacetate can be obtained. A significant disadvantage of these preparation methods is the use of chlorinated hydrocarbon solvents. Another drawback is the difficulty in preparing products with a small particle size, narrow particle size distribution and adjustable morphology.

Preparation of bead cellulose from cellulose acetate

An improved method for the preparation of bead cellulose from cellulose acetate has been developed at the Fraunhofer IAP [1]. In this method, cellulose-2,5-acetate is dissolved in a solvent that is non-miscible or only partially miscible with water, such as methyl or ethyl acetate. This solution is vigorously mixed with an aqueous medium containing a surface-active substance, a protective colloid and a certain amount of salt in order to form fine droplets of cellulose acetate. The subsequent steps include evaporating

the solvent and washing the fine acetate particles with water in a centrifuge. To form cellulose beads a final deacetylation step is necessary.

This process makes it possible to prepare cellulose beads with an ideal spherical shape. Depending on the preparation conditions, the surface structure of the beads can be adjusted to be smooth and porous (Fig. 1) or wrinkled.

The particle size lies in the 1-20 μm range with a narrow distribution (Fig. 2). It is also possible to produce larger beads up to 50 μm in diameter. With this preparation method, the pore structure can be adjusted in a defined way. Depending on the preparation conditions, the interior of the beads can have a different pore size distribution. Fig. 3 gives information on pore size and pore size distribution.

Applications of bead cellulose

Bead cellulose has many different uses, mainly in solid phase technology, liquid chromatography, immobilization of enzymes and ion exchange processes [2, 3, 4]. Bead cellulose prepared by the acetate method is used for blood purification after chemical modification and coupling with specific substances [5]. The first in vitro controlled drug release experiments have been performed. After chemical modification (i.e. with dialdehyde, carboxymethyl or dihydrogen phosphate bead cellulose), the binding characteristics of benzocaine and prozolin hydrochloride as model drugs were tested.

Kontakt Contact



Dr. Bert Volkert

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

Dr. Carola Fanter

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-15 15
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 15
carola.fanter@iap.fraunhofer.de

Prof. Dr. Steffen Fischer

Telefon: +49 (0) 35203 / 3 83-1240
Fax: +49 (0) 35203 / 3 83-1201
sfischer@frswws10.forst.tu-dresden.de

Kooperation Cooperation

Prof. Dr. Bertram Wolf, Hochschule Magdeburg - Pharmatechnik
Dr. Viktoria Weber, Christian Doppler, Labor für Spezifische Adsorptionstechnologien in der Medizin, Biomedizinische Technologie, Donau-Universität Krems

Patente Patents

[1] W. Wagenknecht, C. Fanter, F. Loth:
»Verfahren zur Herstellung von sphärischen Mikropartikeln auf Celluloseacetat-Basis«
EP 0750007 (2000)

Literatur Literature

- [2] B. Wolf, W. Horsch: »Herstellung, Eigenschaften und Verwendung der Perlcellulose – Eine Übersicht« Pharmazie 46 (1991) 392-401
[3] F. Loth, C. Fanter: »Perlförmige Celluloseprodukte und ihre Anwendungen als Trenn- und Trägermaterial« Das Papier 12 (1993) 703-710
[4] C. Fanter: »Perlcellulose – Ein Trägermaterial für die Enzymimmobilisierung« Zellcheming, Wiesbaden, 16.-19.06.2003; Zusammenfassung in Das Papier 4 als CD-Beilage (2004)
[5] V. Weber, I. Linsberger, M. Ettenauer, F. Loth, M. Höyhty, D. Falkenhagen: »Development of specific adsorbents for human tumor necrosis factor- α : Influence of antibody immobilization on performance and biocompatibility« Biomacromolecules 6 (2005) 1864-1870

Kationische Stärkederivate für den Massezusatz bei der Papierherstellung

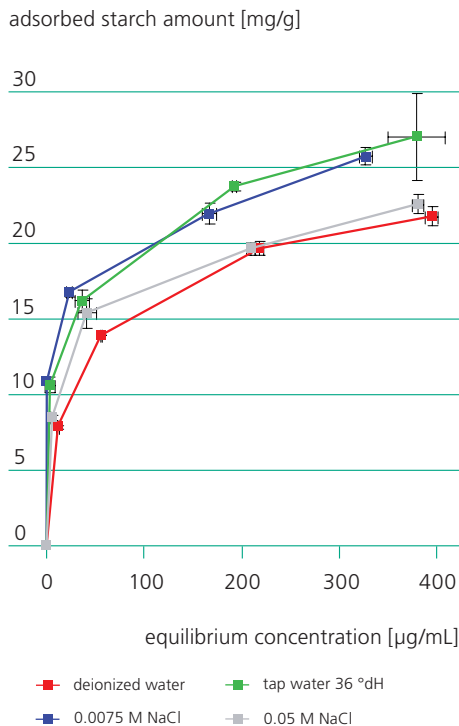


Fig. 1: Adsorption isotherms of cationic starch with DS 0.10 in different electrolyte solutions.

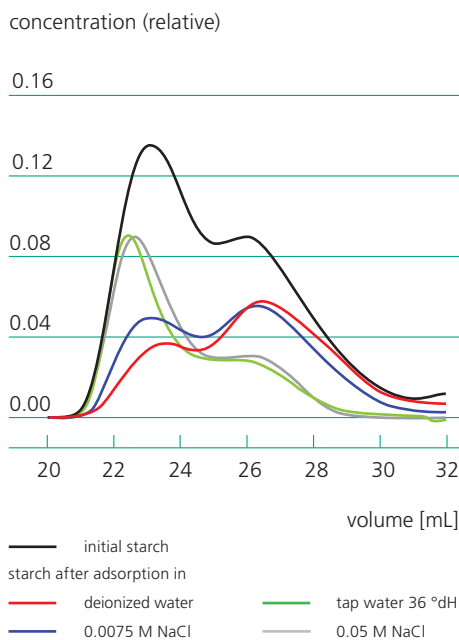


Fig. 2: Chromatogram of cationic starch and molecular composition of the adsorbed starch in different water qualities.

Kationische Massestärke

Kationische Stärkederivate werden bei der Herstellung von Papier im wet-end eingesetzt, um gewünschte Papierqualitäten einzustellen. Für eine nahezu vollständige Retention des Stärkeprodukts muss daher eine Optimierung u. a. hinsichtlich des Substitutionsgrades (DS) und der Zugabemenge bei entsprechender Wasserqualität durchgeführt werden.

Modelluntersuchungen an einer Papierfaser

Zur Verbesserung der Papierqualität beim Einsatz von Recyclingfasern wird kationische Stärke neben weiteren Additiven verwendet. Ihre Wirkung wird durch die an der Faser adsorbierte Menge, deren molekulare Zusammensetzung und durch die Elektrolytbelastung des Prozesswassers beeinflusst. Der Schwerpunkt der Modelluntersuchungen wurde auf die Charakterisierung der Stärkeretention an einem ausgewählten Papierfaserstoff gelegt. In diesen Untersuchungen sollten Zusammenhänge zwischen dem Herstellungsverfahren für kationische Stärke, ihrer Struktur in wässriger Lösung, dem Adsorptionsverhalten bei verschiedenen Elektrolytgehalten sowie der Papierfestigkeit erstellt werden. Es wurden kationische Stärkederivate aus verschiedenen Verfahren mit DS-Werten von 0,015 bis 0,13 einbezogen [1]. Eine bestimmte Faserstoffmenge wurde in einer Stärkelösung bekannter Konzentration suspendiert und nach Einstellung eines Adsorptionsgleichgewichtes wieder entfernt. Da ein Teil der Stärke an der Faser fixiert wurde, nahm die nachweisbare Stärkemenge in der Lösung ab. Die Konzentration und die Molmassenverteilung der Stärke in der Lösung wurden jeweils vor

und nach der Adsorption mittels GPC-MALLS bestimmt. Fig. 1 präsentiert die Adsorptionsisothermen einer Stärke mit DS 0,10 am Faserstoff bei unterschiedlichen Ionengehalten. Die an der Faser adsorbierte Stärkemenge ist über der Stärkekonzentration in der Lösung nach dem Faserkontakt, der Gleichgewichtskonzentration, aufgetragen. Die in unterschiedlichen Wasserqualitäten adsorbierten Stärkemengen unterschieden sich geringfügig. Fig. 2 zeigt die Zusammensetzung der gelösten Stärke vor dem Kontakt mit dem Faserstoff im Vergleich zu der im jeweiligen Ionenmilieu adsorbierten Stärke. Die molekulare Zusammensetzung der adsorbierten Stärke hing gravierend vom Ionengehalt der Lösung ab. In Reinstwasser wurde bevorzugt das Stärkepolysaccharid Amylose an der Papierfaser adsorbiert, mit steigendem Ionengehalt jedoch fast ausschließlich Amylopektin. Eigene Untersuchungen und Literaturdaten ließen vermuten, dass bei der Slurryderivatisierung die amylopektinreiche Fraktion bevorzugt substituiert wurde. Dadurch konnte eine intensive Wechselwirkung des Amylopektins mit der Papierfaser bei höherer Ionenkonzentration stattfinden. Der Einfluss unterschiedlicher Wasserqualitäten bei der Stärkefixierung an der Cellulosefaser auf die resultierende Papierfestigkeit wird in Fig. 3 deutlich. Mit steigender Ionenkonzentration in der Faserstoffsuspension nahm der Wert für die Reißlänge ab. Dies wurde weniger auf die Menge adsorbierter kationischer Stärke an der Faser zurückgeführt als vielmehr auf deren molekulare Zusammensetzung. Die Papierfestigkeit nahm zu je weniger Amylopektin adsorbiert wurde, aber bei gleichzeitig steigender Amyloseretention.

Cationic starch derivatives for wet-end application in paper production

Cationic wet-end starch

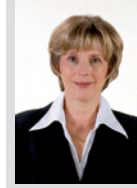
Cationic starch derivatives are used in the wet-end process to adjust paper quality. For near-complete retention of the starch, product optimization has to be carried out in relation to the degree of substitution (DS) and amount of starch derivative added for different water qualities.

Model investigation with paper fibers

Cationic starch and other additives are used to improve the quality of paper containing recycled fibers. The effectiveness of the starch is influenced by the amount of starch adsorbed onto the fibers, its molecular composition and the electrolyte concentration of the process water. The model investigation focused on characterizing starch retention on a selected paper pulp. The aim of the investigation was to find correlations between the production process used to obtain the cationic starch, its structure in aqueous solution, its adsorption properties at different electrolyte concentrations, and paper strength. Cationic starch derivatives with DS values ranging from 0.015 to 0.13 were studied [1]. A defined amount of fiber material was suspended in a starch solution of known concentration. When the adsorption equilibrium was established, the fibers were removed from the solution. Part of the starch was fixed onto the fibers, so reducing the starch concentration in the solution. The concentration and molar mass distribution of the starch in solution were determined by GPC-MALLS before and after adsorption in each case. Selected results are presented for a product with a DS of 0.10 prepared by the slurry process. Fig. 1 shows the adsorption isotherms of the starch on the fibers at different

ion contents of the adsorption solution. The amount of adsorbed starch on the fibers is plotted against the starch concentration in solution after interaction with the fibers, i.e. the equilibrium concentration. The amounts of starch adsorbed in different water qualities differ only slightly. Fig. 2 compares the composition of the dissolved starch before contact with the fibers with that of the adsorbed starch in different ionic environments. The composition of the adsorbed starch was markedly dependent on the ion content of the solution. The starch polysaccharide, amylose, was preferentially adsorbed on the paper fibers in deionized water but, with increasing ion content, amylopectin was almost exclusively adsorbed. From our own investigations and literature data, we assume that in slurry derivatization the amylopectin-rich fraction is preferentially substituted. For this reason, amylopectin interaction with the paper fibers increased at higher ion concentrations. The influence of different water qualities in the process of starch fixation onto paper fibers on resulting paper properties is shown in Fig. 3. With increasing ion concentration in the pulp suspension, the paper breaking length decreased. This effect was attributed less to the amount of adsorbed cationic starch on the paper fibers than to its molecular composition and simultaneously increasing amylose retention.

Kontakt Contact



Dr. Sylvia Radosta

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-16 08
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 08
sylvia.radosta@iap.fraunhofer.de

Marco Ulbrich

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-16 11
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-3000
marco.ulbrich@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe

Kooperation Cooperation

Papiertechnische Stiftung Heidenau
Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurth

Literatur Literature

[1] S. Radosta, W. Vorwerg, A. Ebert, A. H. Begli, D. Grüll, M. Wastyn: »Properties of low-substituted cationic starch derivatives prepared by different derivatisation processes«
Starch/Stärke 56 (2004) 277-287

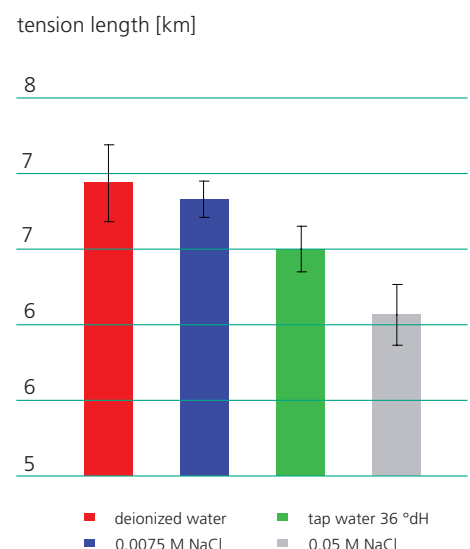


Fig. 3: Paper strength with the cationic starch as a function of water quality.

Cellulosische Meltblown Nonwovens [1]



Fig. 1: Meltblown die.



Fig. 2: Winding up the nonwoven web.

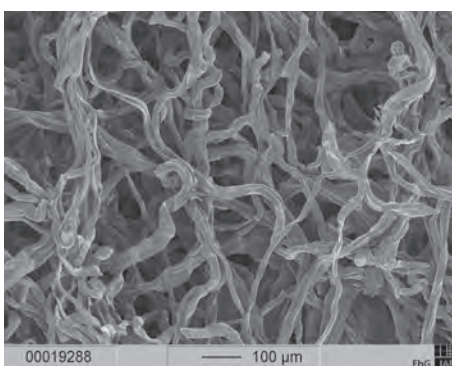


Fig. 3: SEM micrograph of a cellulose meltblown nonwoven.

Der direkte Weg vom Zellstoff zum Vlies

Vliesstoffe aus Cellulosefasern haben sich in vielen Bereichen des täglichen Lebens (u. a. Hygiene, Medizin, Haushalt) aufgrund ihrer hervorragenden Eigenschaften (Saugfähigkeit, Weichheit, Festigkeit etc.) ihren festen Platz erkämpft. Cellulosische Vliesstoffe werden heute vorwiegend aus Viskose- oder Lyocell-Stapelfaser unter Anwendung unterschiedlichster Bindungsverfahren hergestellt. Zahlreiche Verfahrensschritte sind notwendig, um vom Zellstoff zum fertigen Vliesstoff zu gelangen. Das Meltblown-Spinnvlies-Verfahren erlaubt die Vliesstoffherstellung in einem durchgängigen Prozess vom Zellstoff zum Endprodukt, es ist aber bisher nur für synthetische Polymere, wie z. B. Polypropylen und Polyester, Stand der Technik. Mit der Einführung des Lyocell-Verfahrens wurde erstmals ein Weg aufgezeigt, cellulosische Vliesstoffe nach dem Meltblown-Verfahren herzustellen. Der Lösungsweg wurde durch die Weyerhaeuser Company patentiert [2] und im Labormaßstab demonstriert. In einem gemeinsamen Projekt des Fraunhofer IAP mit Weyerhaeuser (Zellstoffhersteller) und der Reicofil GmbH (Anlagenbauer) erfolgte das Upscaling vom Labor- in den Pilotanlagenmaßstab am Standort Golm.

Upscaling in den Pilotanlagenmaßstab

Die Basis für die Meltblown-Pilotanlage bildet die Lyocell-Anlage mit einer Spinnlösungskapazität von ca. 50 kg/h. Das Extrudieren der Spinnlösung mittels Meltblowndüse und der Verstreckung im Luftstrom, die Ermittlung der Einflussfaktoren auf die Ausbildung der Faserstruktur, die Vliesbildung, das Auswaschen und die Trocknung sowie die Lösungsmittelrückgewinnung mussten

in den Pilotmaßstab übertragen werden. Ausgehend von einer 12 cm breiten Düse mit geringer Lochzahl wurde stufenweise die Anzahl der Düsenlöcher erhöht. Letztendlich entstand eine Lyocell-Meltblown-Pilotanlage mit einer Arbeitsbreite von 60 cm, wie sie bisher weltweit nicht existiert. Fig. 1 zeigt die Meltblowndüse und Fig. 2 das Aufwickeln des Vliesstoffs in der laufenden Anlage.

Prozessoptimierung und Produktqualität

Vliesstoffeigenschaften werden u. a. wesentlich durch die Feinheit der Einzelfasern bestimmt. So lautete eine Zielstellung, die Prozessparameter so zu optimieren, dass Fasern im Titerbereich < 1 dtex (Mikrofasern) entstehen. Spinnlösungsdurchsatz und -temperatur sowie die Cellulosekonzentration und die Luftgeschwindigkeit kristallisierten sich als wesentliche Prozessparameter zur Beeinflussung der Faserfeinheit heraus. Auch wurde bei diesen Versuchsreihen nachgewiesen, dass bei diesen selbstbindenden Vliesstoffen die Festigkeit deutlich mit der Verringerung der Feinheit zunimmt. Fig. 3 zeigt die elektronenmikroskopische Aufnahme eines Melt-blown-Cellulosevliesstoffs. Deutlich erkennt man die Verknüpfung der Einzelfasern, die dem Vlies die geforderte Festigkeit gibt. In der Pilotanlage ist die Herstellung von Cellulosevliesstoffen mit Flächengewichten zwischen 10 und 200 g/m² mit Festigkeiten bis 2 000 N/m möglich. Die Absorptionswerte sind vergleichbar zu denen für Cellulosevliesstoffe aus Stapelfasern. Im Herbst 2006 starteten die beteiligten Partner die Phase der Kommerzialisierung des Verfahrens. Die Pilotanlage im Fraunhofer IAP in Potsdam-Golm dient als Referenzanlage zur Kundeninformation.

Meltblown nonwovens based on cellulose [1]

The direct route from pulp to nonwovens

Nonwovens have become indispensable in many areas of daily life (hygiene, medicine, the home). Cellulose fibers are playing an increasingly important role here because of their excellent properties (absorbency, softness, strength). Today, cellulose nonwovens are produced mainly from viscose or Lyocell staple fibers, using different bonding processes. Numerous process steps (carding, web formation, web bonding, finishing, drying) are necessary to convert the raw material into the final product. A more efficient alternative is the meltblown process, which is used widely in the manufacture of nonwovens from synthetic polymers such as polypropylene or polyester. The Lyocell process offers the chance to manufacture meltblown nonwovens based on cellulose in one continuous production line. This route is patented by Weyerhaeuser Comp. [2] and has been demonstrated on a laboratory scale. Upscaling from the laboratory to pilot-plant scale is the objective of a joint project between Fraunhofer IAP, Weyerhaeuser Comp., and Reicofil GmbH (meltblown systems supplier).

Upscaling to pilot-plant production

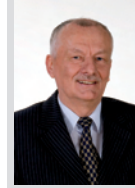
The basis for the meltblown pilot line is the Lyocell plant, which has a spinning solution capacity of 50 kg/h. Operations that have to be upscaled include: extruding the spinning solution through a meltblown die, drawing the extruded filaments in a turbulent hot gas stream, coagulating the filaments, forming the web on a perforated conveyor belt, washing and drying the nonwoven web, and recovering the solvent. In the lead-up to the project, we tested different dies with varying distances between the spinneret holes.

Based on the results of the die optimization, a Lyocell meltblown pilot line with a working width of 60 cm was constructed – the first of its kind in the world. Fig. 1 shows the pilot plant with the optimized die, and Fig. 2 the wet nonwoven web being wound up while the meltblown line is running.

Process optimization and product quality

The properties of a nonwoven are crucially defined by filament fineness. One target was therefore to optimize the process parameters to obtain a filament titer < 1 dtex (diameter < 10 microns). Spinning solution throughput and temperature, the cellulose concentration of the spinning solution and hot air velocity proved to be the most important process parameters in terms of influencing filament fineness and ultimately the strength and softness of the nonwoven product. Fig. 3 shows an SEM micrograph of a meltblown cellulose nonwoven. The entanglement of the individual filaments, which provides the required strength without additional bonding, can be clearly seen. With the optimized process parameters, it is possible to manufacture nonwovens with a mass per unit area in the range 10 to 200 g/m². Their absorption properties are comparable to those of nonwovens based on cellulose staple fibers. In autumn 2006, the partners started the process commercialisation phase. The pilot line installed in the Fraunhofer IAP in Potsdam-Golm is the reference plant for customer information.

Kontakt Contact



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

Dr. habil. Hans-Peter Fink
Telefon: +49(0) 331 / 5 68-1112
Fax: +49(0) 331 / 5 68-3000
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

FhG-Internes MAVO-Programm
»Neue Commodity-Materialien auf Polymerbasis«

Vorträge Lectures

»Cellulose Meltblown Nonwovens based on the Lyocell-Process«
7. Internationales Symposium »Alternative Cellulose-Herstellen, Verformen, Eigenschaften«
6.-7. September in Rudolstadt

Literatur Literature

[1] H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus:
»Cellulose Meltblown Nonwovens based on the Lyocell-Process«
Lenzinger Berichte 86 (2006) 124 - 131
[2] M. Luo, V. A. Roscelli, A. N. Neogi,
R. A. Jewell: »Lyocell Fibers and Process for their Preparation« US 6235392 (2001)

Faserverstärkte Biokomposite

y-axis left = tensile strength [MPa]
 y-axis right = charpy unnotched [kJ/m²] -18 °C

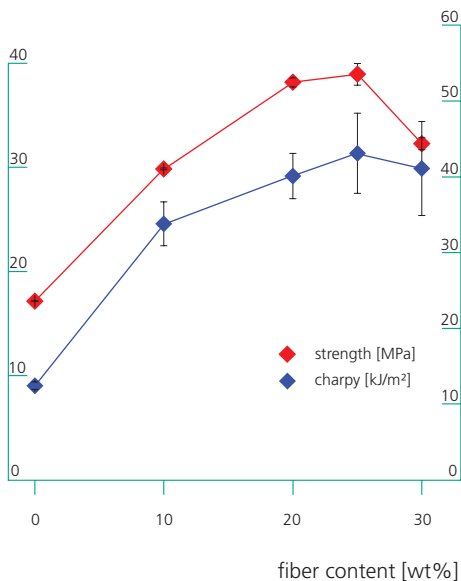


Fig. 1: Tensile strength at room temperature and impact strength at -18 °C of various PHA-rayon composites.

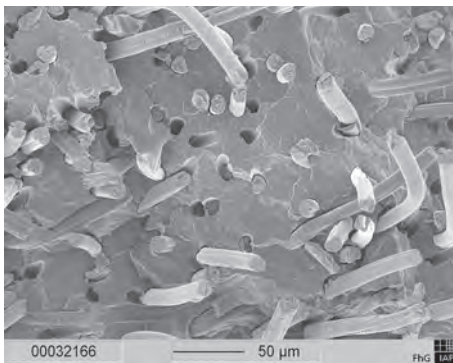


Fig. 2: SEM cryofracture surface of an injection molded test specimen with 20 percent fiber content.

Mit dem im Fraunhofer IAP entwickelten zweistufigen Pultrusionsverfahren lassen sich aus einer Reihe von Commodity-Polymeren (z. B. Polypropylen) und Cellulose-Spinnfasern (z. B. Rayon) spritzgussfähige Composite-Granulate herstellen. Die mechanischen und thermischen Charakteristika dieser Composite können sich mit denen von Kurzglasfaser verstärkten Thermoplasten messen [1]. Im Rahmen der Weiterentwicklung und Optimierung dieses Materials steht neben dem Einsatz des nachwachsenden Rohstoffs Cellulose u. a. die Suche nach alternativen Matrixmaterialien im Vordergrund. Dabei bietet die Kombination der cellulosischen Spinnfasern mit einer biologisch abbaubaren und biobasierten Matrix die einzigartige Möglichkeit, vollständig biogene und bioabbaubare Composite herzustellen. Die Vorteile in Bezug auf die Schonung der petrochemischen Ressourcen und die Verminderung des Abfallaufkommens werden so mit den spezifischen Vorteilen der Verbundwerkstoffe, wie verbessertes mechanisches und thermisches Verhalten, kombiniert.

In Zusammenarbeit mit dem Unternehmen Metabolix (USA) wurden als biogenes Matrixmaterial erstmalig Polyhydroxyalkanoate (PHA) verwendet. Dies sind biologisch abbaubare (Co-)Polyester, die durch einen Fermentationsprozess mit Hilfe modifizierter *E. coli*-Bakterien aus Pflanzenzuckern und -ölen hergestellt werden. Die im Projekt verwendeten Copolyester sind in ihren mechanischen Eigenschaften und ihrem Verarbeitungsverhalten Polyolefinen ähnlich.

Es wurden Composite mit einem Fasergehalt von 10, 20, 25 und 30 Prozent hergestellt und zu Normprüfkörpern verspritzt. Die ermittelten Zugfestigkeiten steigen bis zu einem Fasergehalt

von 25 Prozent an und erreichen bei 20 Prozent den doppelten Ausgangswert (Fig. 1, linke Achse). Die Biegefestigkeit steigt von 16 MPa auf über 37 MPa. Die Zugmoduli erhöhen sich von 0,443 GPa des unverstärkten Materials auf 2,41 GPa für Proben mit 25 Prozent Fasergehalt. Bei den gleichen Proben steigt der Biegemodul von 0,68 GPa auf 2,38 GPa. Die Ergebnisse der Schlagbiegeversuche machen deutlich, dass sich vor allem bei tiefen Temperaturen die Faserverstärkung positiv auswirkt. So kann der Charpy-Wert der unverstärkten und ungekerbten Probe von 12 kJ/m² durch einen Fasergehalt von 25 Prozent auf über 43 kJ/m² angehoben werden (Fig. 1, rechte Achse). Die Schlagarbeit an gekerbten Proben steigt von 1,7 kJ/m² auf 8 kJ/m². Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Kryobrüchen (Fig. 2) zeigen die Homogenität der Faserverteilung sowie die mangelhafte Ankopplung der Fasern an die Matrix im Vergleich zum System Polypropylen-Haftvermittler-Rayon. Die Faserlängenverteilung im spritzgegossenen Prüfkörper mit 10 Prozent Faseranteil ist in Fig. 3 dargestellt. Sie wird über Soxhlet-Extraktion der Matrix und anschließender lichtmikroskopischer Auswertung bestimmt. Offensichtlich kommt es im zweiten Homogenisierungsschritt durch die Wirkung der Misch- und Knetelemente zu einer Reduktion der nach dem ersten Pultrusionsschritt einheitlichen Faserlänge von ca. 5 mm. Diese Reduktion ist jedoch geringer als beim System Polypropylen-Haftvermittler-Rayon.

Durch die Faserverstärkung von PHA mit cellulosischen Spinnfasern wurden biogene und bioabbaubare Composite hergestellt, deren mechanische Eigenschaften im Vergleich zur unverstärkten Matrix deutliche Verbesserungen (teilweise Verdoppelungen) zeigen.

Fiber-reinforced biocomposites

Using the two-stage pultrusion process developed at the Fraunhofer IAP, injection molding compounds can be manufactured from commodity thermoplastics (e.g. polypropylene) and cellulosic spun fibers (e.g. rayon). The mechanical and thermal properties of these composites can compete with those of short-glass-fiber-reinforced thermoplastics [1]. One line of research in the further development and optimization of this class of materials is concerned with the use of new matrix materials. The combination of biogenic and biodegradable cellulosic spun fibers with a biobased (and biodegradable) matrix offers the unique possibility of developing true biocomposites. In this way, the typical advantages of composites, such as improved mechanical and thermo-mechanical properties, are coupled with the benefits of sustainability, such as conservation of petrochemical resources and waste reduction.

In cooperation with Metabolix Inc. (USA), polyhydroxyalkanoates (PHAs) were tested as a matrix material for the first time. These biodegradable (co-)polyesters are produced in a fermentation process from plant sugars and oils using modified *E. coli* bacteria. The polyesters used in the study resemble polyolefins in their mechanical properties and processing behavior.

Composites were produced with a fiber content of 10, 20, 25, and 30 percent (by weight) and injection molded into standard test specimens. Tensile strength increases up to a fiber content of 25 percent and reaches twice the value of the unreinforced polymer at 20 percent loading (Fig. 1, left axis). Flexural strength improves from 16 MPa to over 37 MPa. The tensile modulus rises from a value of 0.44 GPa for the unreinforced polymer to 2.41

GPa at 25 percent fiber content. The corresponding values for the flexural modulus are 0.68 GPa and 2.38 GPa, respectively. Charpy impact tests demonstrate that the fibers act as impact modifiers, especially at low temperatures (-18 °C in this case). Unnotched Charpy values increase from 12 kJ/m² to 43 kJ/m² at a fiber loading of 25 percent (Fig. 1, right axis). The same trend is observed for notched Charpy impact values, which rise from 1.7 kJ/m² to 8 kJ/m².

Scanning electron microscopy of cryofracture surfaces demonstrates homogeneous fiber distribution but also reveals poor fiber/matrix coupling as compared with the polypropylene-rayon system with a coupling agent. Fiber length distribution in an injection molded test bar with 10 percent fiber content is shown in Fig. 3. The distribution is determined by optical microscopy after removing the matrix by Soxhlet extraction. It is clear that a reduction in fiber length due to the action of extruder mixing and kneading elements takes place in the second pultrusion step (homogenization), since a uniform length of approx. 5 mm is obtained after the first pultrusion step. An even greater fiber length reduction is, however, observed with the PP-rayon system.

By reinforcing a polyhydroxyalkanoate (PHA) polymer with cellulosic spun fibers, biogenic and biodegradable composites were obtained with substantially improved (in some cases doubled) mechanical properties as compared with the unreinforced matrix material.

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

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

Kooperation Cooperation

Metabolix (USA), Bob Whitehouse

Literatur Literature

[1] J. Ganster, H.-P. Fink, M. Pinnow:
»High-tenacity man-made cellulose fibre reinforced thermoplastics – Injection moulding compounds with polypropylene and alternative matrices« Composites, Part A 37 (2006) 1796-1804

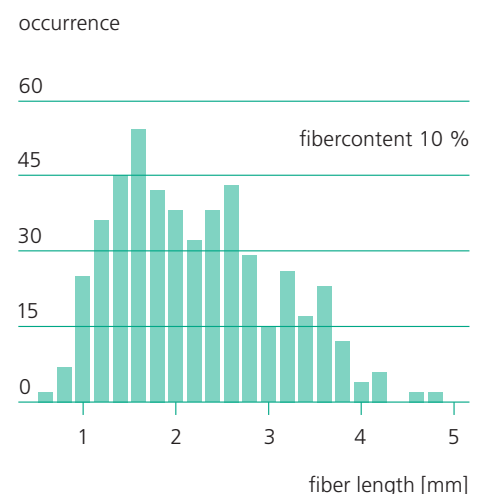
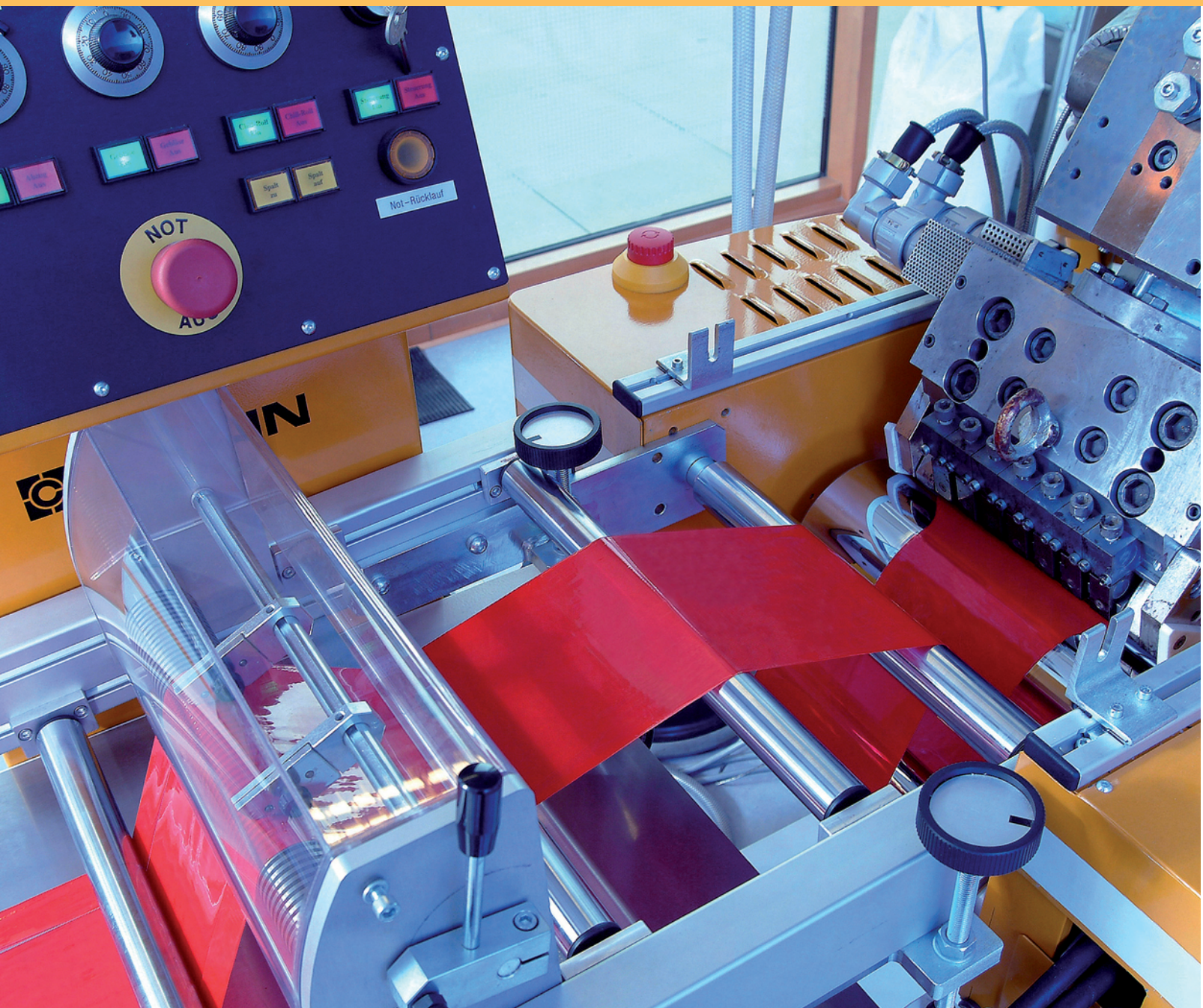


Fig. 3: Fibre length distribution, sample with 10 percent fiber content.



pioneers in polymers

pioneers in polymers



Funktionale Polymersysteme

Functional polymer systems

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Funktionalisierte Polymere, intelligente Materialien für die Zukunft
Functional polymers, intelligent materials for the future

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Herstellung und Charakterisierung von zellulären Polypropylenfolien
Preparation and characterization of cellular polypropylene films

Phosphoreszente OLED-Materialien mit Polystyrenhauptkette
Phosphorescent OLED materials with polystyrene main chain

Polymere fangen Mikroorganismen aus Getränken
Polymers capture microorganisms in beverages

Entwicklung strukturierbarer Materialien
New materials for all-optical patterning

Extrudierbare thermochrome Kunststoffe
Extrudable thermochromic polymers

Polarisierte Fluoreszenz als fälschungssicheres Sicherheitsmerkmal
Anti-counterfeit security labels based on polarized fluorescence

Funktionalisierte Polymere, intelligente Materialien für die Zukunft

Halbleitende Materialien und deren Anwendungen in der Polymerelektronik

Halbleitende Polymermaterialien stellen eine Basis für neue polymerelektronische Bauelemente dar. Dazu gehören organische Leuchtdioden (OLEDs), organische Feldeffekttransistoren (OFETs) und organische Photovoltaik- (OPV) Zellen. Die Schwerpunkte der Arbeiten in der Synthese neuer Materialien liegen auf den Gebieten von Poly-3-alkylthiophenen, verschiedenen heterocyclischen konjugierten Polymeren, Polyfluorenen und Polyphenylenvinylenen. Dafür werden verschiedene Synthesetechniken wie Polykondensation, Polyaddition, ionische und radikalische Polymerisation sowie Kohlenstoff-Kohlenstoff-Verknüpfungstechniken eingesetzt. Durch Copolymerisation verschiedener Monomerbausteine können die resultierenden elektrischen und optischen Eigenschaften hinsichtlich optischem Bandgap, Lage der Energieniveaus, Brechzahl, Maximum der Absorption und Photolumineszenz angepasst werden. Durch entsprechend funktionalisierte Polymere können diese durch thermische oder photochemische Initiierung so vernetzt werden, dass dadurch eine Stabilisierung abgeschiedener dünner Filme gegenüber nachfolgenden Prozessschritten erreicht wird. Im Bereich der OLEDs stehen die Erhöhung der Effizienz, der Leuchtstärke und die Lebensdauer im Mittelpunkt der Entwicklungsarbeiten. Dazu zählen bereits neue umgesetzte Konzepte zum Einbau von Triplettemitern in polymere Grundstrukturen und die Entwicklung von Multischichtsystemen mit unterschiedlichen Ladungstransporteigenschaften. Die technologische Entwicklung vom Layout bis zum verkapselten Device wird für polymere Leuchtanzeigen, Leuchtflächen und kleine Matrixdisplays beherrscht, so dass Anzeigen in unterschiedlichen Farben zur Verfügung

stehen. Der Feldeffekttransistor ist ein Grundbauelement der Elektronik und OFETs werden zukünftig in polymer-elektronischen Schaltungen bis hin zum RFID Transponder angewendet werden. Durch die erfolgreiche Entwicklung von konjugierten halbleitenden Polymeren konnten OFETs mit hohen Ladungsträgermobilitäten und kleine polymer-elektronische Schaltungen aus passiven und aktiven Bauelementen entwickelt werden. Dazu werden OFETs verschiedener Konfigurationen aufgebaut, die Ladungsmobilität studiert und an der Verbesserung der Stabilität der Schaltungen gearbeitet. Die Anwendung halbleitender konjugierter Polymere führte 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 und damit besser dem Sonnenspektrum angepasst werden. Mit Fluoreszenzfarbstoffen dotierte Fluoreszenzkollektoren erhöhen ebenfalls die Effizienz von bereits bekannten Solarzellen. Sie absorbieren breitbandiges Licht, das durch den Fluoreszenzeffekt mit hoher Effizienz in längerwellige Strahlung gewandelt wird und an den Kanten der Kollektoren mit hoher Lichtverstärkung austritt.

Thermochrome Materialien und deren Einsatz im Maschinenbau und der Solartechnik

Farben spielen in unserem Alltag eine große Rolle. Erfahrungsgemäß ist die Farbe eines Materials unabhängig von dessen Temperatur. Nur wenige, so genannte 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 Farbtinten-sitäten 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 auf solartechnische Anlagen und den Maschinenbau fokussiert.

Optische Funktionsmaterialien und deren Einsatz in optischen Bauelementen

Die Entwicklung neuer thermotroper Flüssigkristalle ist eine Voraussetzung für anisotrop strukturierte ultradünne Filme mit komplexen optischen Eigenschaften. Die Arbeiten zur Synthese neuer Materialien konzentrieren sich auf thermotrope und diskotische Flüssigkristalle, glasbildende und vernetzbare Mesogene, lyotrope Systeme und lichtemittierende Flüssigkristalle. Dabei steht die Entwicklung effizienter mehrstufiger Synthesesequenzen, insbesondere unter dem Aspekt der Überführung in die Produktion und den Vertrieb in Kooperation mit geeigneten Industriepartnern sowie die Analyse der flüssigkristallinen Eigenschaften im

Mittelpunkt der Arbeiten. Die neuen Flüssigkristalle werden zu dünnen (nanostrukturierten) anisotropen Filmen verarbeitet. Die technologischen Schritte sind Filmpräparation mittels spincoating (perspektivisch auch Drucktechniken), anisotrope Orientierung der Filme, permanente Fixierung der Orientierung im Glaszustand und/oder Photovernetzung. Polymermaterialien mit photosensitiven Eigenschaften werden als optische Funktionsschichten in Flüssigkristalldisplays benötigt. Die speziell funktionalisierten Polymere, Polymerkomposite und photovernetzbaaren Flüssigkristall-Mischungen lassen sich leicht verarbeiten und erlauben die Herstellung von Filmen unterschiedlicher optischer Funktionalität. Ein wesentlicher Schritt ist die Entwicklung multifunktionaler Polymere, um Schichten und Prozessschritte einzusparen. Insbesondere werden Materialien entwickelt, in die durch die Wechselwirkung mit polarisiertem Licht anisotrope Eigenschaften induziert werden. Weiterhin werden holographische Materialien zur Herstellung von Oberflächenreliefgittern auf Basis photochromer Polymere sowie Materialien zur Herstellung effizienter Volumengitter auf Basis von Polymer(nano)kompositen und reaktiver Monomermischungen entwickelt. Optische Funktionselemente für flüssigkristalline Anzeigen (LCD) sind Polarisatoren, Farbfilter, Diffuser, Retarder und Aligning-Layer, welche mit Hilfe von anisotropen optische Funktionsschichten entwickelt werden. Diffraktiv-optische Elemente werden zum Lichtmanagement in LCD-Backlight-Systemen und Sensoren eingesetzt. Neue Komponenten für die Telekommunikation können z. B. mit holographischen Volumengittern realisiert werden. Für die integrierte Optik können damit Strahlteiler, Wellenleiter, Ein- bzw. Auskopplungselemente aufgebaut werden. Die Entwicklung von optischen Sicherheitsmerkmalen zur Erhöhung der Fälschungssicherheit in

Dokumenten wird ebenfalls mit funktionalen Schichten und Schichtsystemen erreicht. Weitere Anwendungsfelder sind doppelbrechende Filmkomponenten mit lichtmodulierenden Eigenschaften sowie polarisierter Lichtemission (Linear- und Zirkularpolarisatoren, cholesterische Filme, Kompensationsfilme, Farbfilter) u. a. für optische Instrumentierung und Displays.

Materialien für die Speicherung von Ladungen und deren Einsatz in piezoelektrischen Sensoren und Wandlern

Durch elektrische Aufladung bzw. Polung von Polyvinylidenfluorid-, Polytetrafluorethylen und porösen Polypropylenfolien lassen sich elektrische Polarisierungen in den Materialien erzeugen oder auch Monoladungen in ihren Volumen und Oberflächen stabil speichern. Die elektrische Aufladung der Polymerfolien wird durchgeführt, indem unter Anwendung von hohen Spannungen an einer Spitzenelektrode eine Coronaentladung gezündet wird, die elektrische Ladungen erzeugt und die Folien elektrisch auflädt. Die elektrisch behandelten Polymerfolien zeigen starke piezo- und pyroelektrische Effekte und zeichnen sich durch stabile elektrische Ladungen und Polarisierungen aus. Als Elektretmaterialien stehen ferroelektrische Fluorpolymere und poröse Polytetrafluorethylen- sowie Polypropylenfolien zur Verfügung, die sich durch eine starke Piezoelektrizität und hohe Ladungsstabilität auszeichnen. Neben ihren Anwendungen als Drucksensoren und Schallwandler können Elektrete auch als Filtermaterialien mit erhöhter Effizienz und in der Medizin zur Wund- und Knochenheilung genutzt werden. Weiterhin werden Multielement-Wandler beliebiger Geometrien für Anwendungen in der Medizin, Luft- und Raumfahrt sowie

Informationstechnik als applikations-spezifische Sensoren entwickelt.

Erzeugung von spezifischen Oberflächen und deren Charakterisierung

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

Functional polymers, intelligent materials for the future

Semi-conducting materials for polymer-based electronic components

New, conjugated, semi-conducting polymer materials were developed for new polymer-based electronic components such as organic light emitting diodes (OLEDs), organic field effect transistors (OFET) and organic photovoltaic cells (OPV). Special expertise was acquired with poly-3-alkylthiophene and various heterocyclic, conjugated polymers as well as with polyfluorenes and polyphenylene vinylene. In this work, various polymerization techniques such as polycondensation, polyaddition, ionic and radical polymerization and carbon-carbon linking reactions were used. Through copolymerization of different monomer units, the resulting electrical and optical properties, such as the optical band gap, position of the energy level, refractive index, absorption maximum and photoluminescence can be tailored as required. By using suitably functionalized polymers, the new materials can be crosslinked by thermal or photochemical initiation to stabilize deposited thin films in subsequent process steps. These polymers are mainly processed from solution into thin films. In the area of OLEDs, our work is centred on increasing efficiency, brightness and lifetime. New concepts were developed for the chemical coupling of triplet emitters on polymer backbones and multi-layer systems with different charge transport capabilities. At the same time, long-term stability is being increased through new layer systems and efficient encapsulation processes. Technological development from the layout to the encapsulated device is being mastered so that displays are available in different colors.

Field effect transistors are basic components of electronics. In future, OFETs will be used in applications ranging from polymer-based electronic circuits to RFID transponders. Through the successful development of conjugated, semi-conducting polymers, it was possible to develop OFETs with high charge carrier mobilities and small polymer-based electronic circuits consisting of passive and active components. In addition, OFETs with different configurations are being built, their charge mobility studied and work carried out to improve the stability of the circuits. The use of semi-conducting, conjugated polymers has led to the development of new organic solar cells. The materials and layer systems determine the efficiency of these cells and their absorption behaviour can be adapted with low-bandgap materials to the solar spectrum. Fluorescence collectors doped with fluorescent dyes also increase the efficiency of established solar cell designs. They absorb broadband light, which – through the fluorescence effect – is very efficiently converted into longer-wave radiation and is emitted at the edges of the collectors with high light amplification.

Thermochromic materials for solar technology and machine construction

Colors play an important role in our everyday life. In general, the color of a material is independent on temperature. However, a few, so called thermochromic materials modify their color in response to temperature changes. Thermochromic materials, which change their optical behavior reversibly or irreversibly as a function of temperature,

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

New thermotropic liquid crystals are being developed for anisotropically structured, ultrathin films with complex optical properties. We are concentrating our activities on thermotropic and discotic liquid crystals, glass-forming and crosslinkable mesogens, lyotropic systems and light-emitting liquid crystals. The core of this work involves the development of efficient, multi-stage synthesis sequences (with a view to scaling up to industrial-production level in collaboration with suitable

industrial partners) and the analysis of liquid crystalline properties. The new liquid crystals are processed into thin (nanostructured) anisotropic films. The technological steps are film preparation by spin-coating (with printing technologies also in mind), anisotropic orientation of the films, permanently fixing the orientation in the glass state and/or photocrosslinking. Polymer materials with photosensitive properties are required as optical functional layers in liquid crystal displays. The specially functionalized polymers, polymer composites and photocrosslinkable liquid crystal mixtures can be readily processed, allowing the preparation of films with different optical functionality. A key step is the development of multifunctional polymers to save layers and process steps. In particular, materials are being developed, in which anisotropic properties are induced by interaction with polarized light. In addition, holographic materials for the production of surface relief gratings based on photochromic polymers and materials for the production of efficient volume gratings based on polymer nanocomposites and reactive monomer mixtures are also being developed. Optical functional elements for liquid crystal displays (LCDs), such as polarizers, color filters, diffusers, retarders and aligning layers, are being developed with the aid of anisotropic optical functional layers. Diffractive optical elements are used for light management in LCD backlight systems and sensors. New components for telecommunications can be produced with, for example, holographic volume gratings. These can be used to build beam splitters, optical waveguides, and coupling/decoupling elements. Optical security features to increase anti-forgery protection in documents are

also being developed using functional layers and layer systems. Other fields of application include birefringent film components with light-modulating properties and polarized light emission (linear and circular polarizers, cholesteric films, compensation films, color filters), etc. for optical instrumentation and displays.

Charged storage materials and their application in piezoelectric 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 charges and polarizations. As electret materials, ferroelectric fluoropolymers and porous polytetrafluoroethylene and polypropylene films are available. These materials are characterized by strong piezoelectricity and high charge stability. In addition to their use as pressure sensors and acoustic transducers, electrets can also be employed as filter materials with enhanced efficiency and in medicine for wound and bone healing. In addition, multi-element transducers of any required geometry are being developed for medical and aerospace applications and for information technology as application-specific sensors

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

Anwendungen und Dienstleistungen

Materialien – Synthese und Verarbeitung von

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

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

Bauelemente

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

Oberflächentechnik

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

Weitere Beispiele

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

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

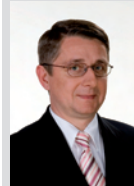
Surface technology

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

More examples

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

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

Physikalisch aktive Polymere
Physically active polymers
Dr. habil. Rudi Danz
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 15
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-39 10
rudi.danz@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

Herstellung und Charakterisierung von zellulären Polypropylenfolien

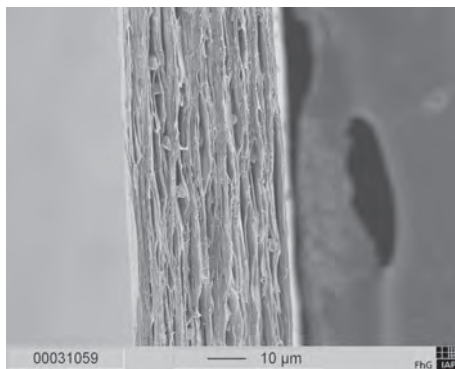


Fig. 1: Scanning electron micrograph of a cellular polypropylene film cross section.

Polymere mit piezoelektrischen Eigenschaften haben ein hohes Anwendungspotenzial in der Sensortechnik. Neben den polaren eröffnen auch unpolare Polymere mit spezieller zellulärer Struktur die Möglichkeit, piezoelektrische Eigenschaften zu entwickeln [1, 2, 3]. In Kombination mit unterschiedlichen Additiven wurden verschiedene Polypropylene (PP) extrudiert und sowohl mechanisch (Verstreckung) als auch elektrisch (Aufladung) präpariert und untersucht.

kroskop untersucht. Eine gute poröse Struktur zeigt Fig. 1. Ein wichtiges Ergebnis ist hierbei, dass die Folien mit hoher Geschwindigkeit in einem optimalen Temperaturbereich verstreckt werden müssen, der vom verwendeten Matrixmaterial, dem Additiv und der Kristallinität der extrudierten Folie abhängig ist. Ist die Temperatur zu niedrig, werden so hohe mechanische Spannungen verursacht, dass in der Folie statt vieler kleiner Hohlräume ein großer Riss entsteht. Ist die Temperatur zu hoch, fließt das Polymer um die Partikel herum und es entstehen keine Hohlräume. Die gleichen Erscheinungen treten auch bei zu geringen Geschwindigkeiten auf.

Extrusion

Damit sich die Partikel homogen in der PP-Matrix verteilen, muss das Gemisch zunächst compoundiert werden. Anschließend wird eine Folie (A-B-A) coextrudiert, bei der die mittlere Compoundenschicht (B) beidseitig von einer dünnen Schicht (A) aus reinem PP bedeckt ist. Somit wird verhindert, dass Partikel in der Folienoberfläche liegen, die bei der weiteren Verarbeitung zu Oberflächenrissen führen könnten. Nach der elektrischen Aufladung dieser Folien wurde ihr Oberflächenpotenzial in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur gemessen. Dabei wurde ein PP entdeckt, dessen Oberflächenpotenzial bis 120 °C stabil ist und dessen Fließparameter eine optimale Ausbildung zellulärer Strukturen ermöglichen. Das ist eine wesentliche Voraussetzung für die Ausbildung poröser piezoelektrischer Polymersysteme.

Polarisierung

Die gereckten Folien wurden elektrisch polarisiert (Corona, -25 kV), um Ladungen im Inneren der Zellen zu trennen und in den Zellwänden zu speichern. Da solche Ladungen in vielen übereinander liegenden Schichten gespeichert sind, ist der piezoelektrische Effekt poröser Materialien besonders hoch. Der piezoelektrische Koeffizient wurde gemessen und in Abhängigkeit vom Reckverhältnis in Extrusionsrichtung und senkrecht dazu ausgewertet (Fig. 2).

Aufweitung

Um diesen piezoelektrischen Effekt weiter zu optimieren, wurden die verstreckten Folien mit Hilfe der Gas-Diffusions-Expansions-Technik (GDE) aufgeweitet. Der Abstand der Schichten, in denen die getrennten Ladungen gespeichert sind, ist nach der Aufweitung größer. Durch den größeren Ladungsabstand erhöht sich das Dipolmoment und somit der piezoelektrische Effekt (Fig. 3). Da die Folien bei der Aufweitung auf über 85 °C erhitzt wurden, kann der gemessene Effekt bis zu dieser Temperatur als temperaturstabil bezeichnet werden.

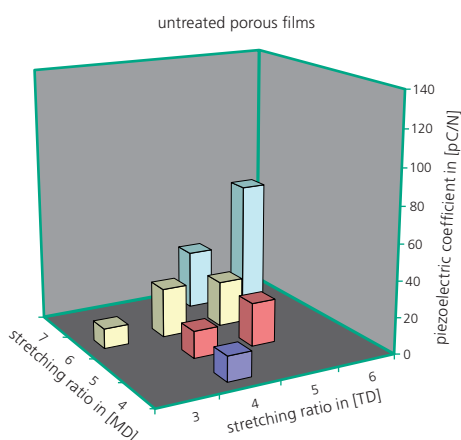


Fig. 2: Piezoelectric coefficient of untreated cellular polypropylene films as a function of the stretching ratio used in film manufacture.

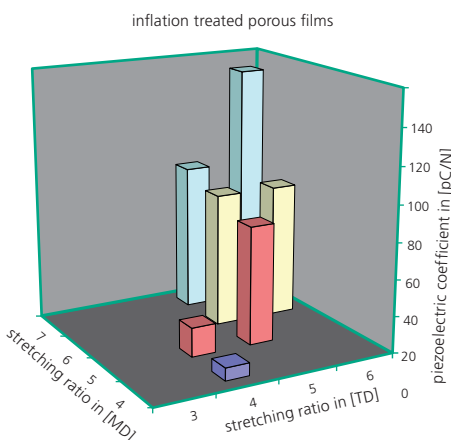


Fig. 3: Piezoelectric coefficient of GDE-treated cellular polypropylene films as a function of the stretching ratio used in film manufacture.

Verstreckung

Die coextrudierten Folien wurden erhitzt und mit hoher Geschwindigkeit (700 %/s) biaxial simultan drei- bis siebenfach verstreckt. Diese Dehnung induziert Spannungsspitzen an den Grenzflächen zwischen der Matrix und den Partikeln, durch die es zu mikroskopischen Rissen und zur Ausbildung flacher Hohlräume (zelluläre Struktur) kommt. Um die Struktur der verstreckten Folien beurteilen zu können, wurden sie am Rasterelektronenmi-

Preparation and characterization of cellular polypropylene films

Piezoelectric polymers have enormous application potential in sensor technology. Besides the usual polar materials, non-polar polymers with a special cellular structure also offer the possibility of developing piezoelectric properties. In 2006, various polypropylenes in combination with different nucleating agents were extruded, mechanically stretched, and electrically charged. They were then tested and evaluated.

Extrusion

The mixture must first be compounded to disperse the calcium carbonate particles homogeneously in the PP matrix. Then a 3-layer-film (A-B-A) is coextruded, consisting of the compound layer (B) covered on each side by thin layers of pure polypropylene (A). This ensures that there are no particles in the film surface which could lead to surface cracks during further treatment. The extruded films were electrically charged and then the electric potential of the surface was measured as a function of time and temperature. In this research, a polypropylene was found with a stable surface potential up to temperatures of 120 °C and flow characteristics that allow the creation of ideal cellular structures. These are essential requirements for the formation of porous piezoelectric polymer systems.

Stretching

The coextruded films were heated and biaxially stretched simultaneously at high speed (700 %/s) to three to seven times their original dimensions. This stretching causes stress peaks at the interfaces between the matrix and the particles, generating flat microcavities. The film structure was examined with a scanning electron microscope. Fig. 1 shows a good porous film structure. It was found that the films must be stretched at high speed and in an optimum temperature range, which is

dependent on the matrix material used, the additive and the crystallinity of the extruded film. If the temperature is too low, excessive mechanical stresses are produced, which generate one large crack in the film instead of many small cavities. If the temperature is too high, the polymer flows around the particles without generating any cavities.

Electric polarization

The stretched films were electrically polarized (corona, -25 kV) in order to separate electric charges inside the cavities and store them in the cavity walls. The high charge stability of the material avoids discharge even at elevated temperatures. The piezoelectric effect of porous materials is particularly strong because the charges are stored in many superimposed matrix layers. The piezoelectric coefficient was measured and its dependence on the stretching ratio in the machine and transverse directions analysed. Fig. 2 shows the piezoelectric effect in untreated films as a function of the stretching ratio used in film manufacture.

Expansion

In order to optimize this piezoelectric effect, the stretched films were expanded by gas diffusion expansion technology (GDE). As a result, the distance between the micro layers in which the separated charges are stored is widened, so increasing the dipole moment and therefore the piezoelectric effect. Fig. 3 shows the piezoelectric effect in GDE-treated films. Since the films were expanded at a temperature above 85 °C, the measured piezoelectric effect may be considered heat-stable up to this temperature.

Kontakt Contact



Julia Orlik

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 14
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-30 00
julia.orlik@iap.fraunhofer.de

Dr. Burkhard Elling

Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-19 17
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-25 19
burkhard.elling@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Gefördert im Rahmen der Internen Programme der FhG, Fördernummer MAVO 813893

Kooperation Cooperation

Institut für Rechnerarchitektur und Softwaretechnik, Berlin; Institut für Biomedizinische Technik, St. Ingbert; Institut für Zerstörungsfreie Prüfverfahren, Saarbrücken; Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration, Berlin; Universität Potsdam; Universität Bayreuth

Literatur Literature

- [1] J. Raukola, N. Kuusinen, M. Paajanen: »Cellular electrets-from polymer granules to electromechanical films« 11th Internat. Symp. on Electrets (2002) 195-198
- [2] M. Paajanen, J. Lekkaka, K. Kirjavainen: »Electro Mechanical Film (EMF) – a new multipurpose electret material« Sensors and Actuators 84 (2000) 95-102
- [3] S. Bauer, R. Gerhardt-Mulhaupt, G. M. Sessler: »Ferroelectrets: Soft Electroactive Foams for Transducers« Physics Today 2 (2004) 37-43

Phosphoreszente OLED-Materialien mit Polystyrenhauptkette

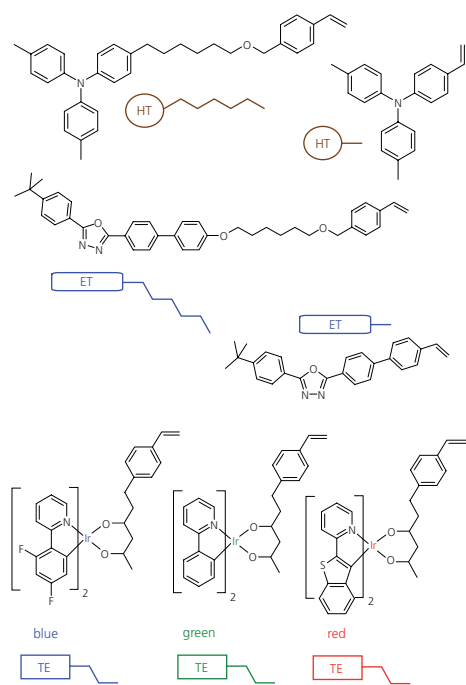


Fig. 1: Overview of synthesized styrene monomers for triplet emitter (HT = hole transport material, ET = electron transport material, TE = triplet emitter).

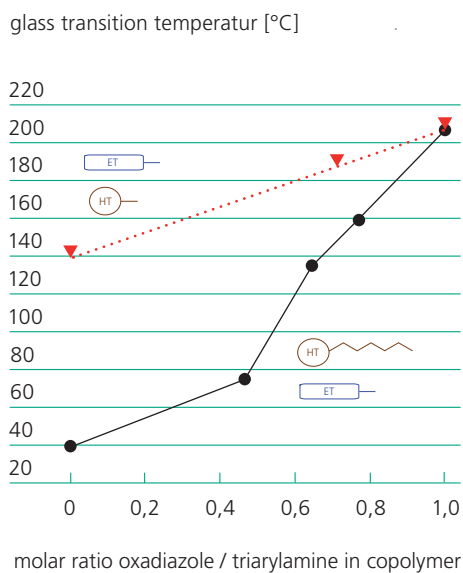


Fig. 2: Dependence of glass transition temperature on spacer length and copolymer composition.

Die Anwendung polymerbasierter Leuchtdioden (PLED) ist für die Herstellung von großflächigen und feinpixelierten Displays durch Lösungsprozesse wie Sieb- und Inkjet-Druck sehr attraktiv. Wegen der Spinstatistik ist die Fluoreszenzeffizienz organischer Moleküle auf 25 Prozent limitiert. Für konjugierte Polymere, wie Polyfluorene oder Polyphenylvinylene, ist nur die Fluoreszenz für die Lichtemission verantwortlich. Einige Übergangsmetallkomplexe (Ir, Pt, Re) zeigen kurze Phosphoreszenzlebensdauern, so dass sie zur Lichtemission genutzt werden können. In diesen Fällen kann die Effizienz theoretisch 100 Prozent erreichen. Phosphoreszente LED-Systeme bestehen aus einem Emitter (Übergangsmetallkomplex (TE)) und organischen Molekülen, die die Ladungsinjektion und den -transport im Device (Loch- (HT) und Elektronentransportmaterial (ET)) verbessern. Kürzlich wurden phosphoreszente kleine Moleküle mit Ladungstransportmaterialien und einer Polymermatrix, Polyvinylcarbazol (PVK), im Blend aus der Lösung zu emittierenden Schichten in PLEDs verarbeitet [1, 2], aber es gibt noch eine Reihe von Problemen, die mit solchen Blends verbunden sind. Migration, Aggregation und auch Phasenseparation können während des Betriebs solcher Bauelemente auftreten, wenn die verschiedenen Moleküle nicht kovalent an die Polymermatrix gebunden sind. Diese Prozesse führen zum Abbau und zu kurzen Lebensdauern der aktiven phosphoreszenten Schichten. Deshalb wird von Suzuki et al. [3] ein anderer Weg vorgeschlagen: Sie stellen Copolymere her, bei denen die Komponenten als Seitengruppen kovalent an eine nichtkonjugierte Polymerhauptkette gebunden sind. Bei unserem Lösungsansatz werden

Bis(2-phenylpyridin)iridium(acetylacetonat) [Ir(ppy)₂(acac)], N,N'-Bis(3-methylphenyl)-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diamin (TPD) und 2-(4-Biphenyl)-5-(4-tert.-butylphenyl)-1,3,4-oxadiazol (PBD) als phosphoreszenter Emitter, Loch- und Elektronentransportmaterial (Fig. 1) verwendet. Diese Moleküle werden mit polymerisationsfähigen Styrenguppen funktionalisiert. Die aktiven Strukturen werden mit der Styrengruppe über einen Hexylspacer oder ohne Spacer direkt miteinander verbunden. In Blendexperimenten von Polystyren mit TE, HT und ET wurde das beste Verhältnis der Komponenten von HT und ET bei ungefähr 1:2 gefunden. Der Gehalt an Übergangsmetallkomplex liegt zwischen 2 und 5 Ma-%. Mit diesen Verhältnissen wurden Co- und Terpolymere durch statistische radikalische Polymerisation in THF, initiiert mit AIBN, hergestellt. Die Molmassen (M^w) lagen um 60 000 g/mol, so dass die Polymere gute Filmbildungseigenschaften besitzen. Die Glastemperaturen der erhaltenen Copolymere (Fig. 2) zeigen eine deutliche Abhängigkeit von der Spacerlänge der verwendeten Monomere. Erwartungsgemäß wird ein Anstieg der Glastemperatur für Monomere mit kurzem Spacer gefunden. Wenn alle Monomere einen kurzen Spacer tragen, weisen die Copolymere Glastemperaturen nahe 200 °C auf. Wenn alle Monomere einen Hexylspacer besitzen, liegen die Glastemperaturen nur knapp oberhalb der Raumtemperatur. Mit den erhaltenen Copolymeren wurden OLEDs mit grüner, roter und blauer Emission hergestellt. Die Ergebnisse für Helligkeit und Effizienz beschreiben eine klare Abhängigkeit von der Glastemperatur der Copolymere (Tab. 1). Die Monomere mit kurzen Spacern sind für effiziente Devices vorzuziehen.

Phosphorescent OLED materials with polystyrene main chain

The use of polymer-based light-emitting devices (PLED) is very attractive for the preparation of large-area, fine-pixel displays by wet processes such as screen and ink-jet printing. Because of spin statistics, the fluorescence efficiency of organic molecules is limited to 25 percent compared to 100 percent for phosphorescence. For conjugated polymers, such as polyfluorenes or polyphenylene vinylenes, only fluorescence is responsible for light emission. Some transition metal complexes (Ir, Pt, Re) also have short phosphorescence lifetimes, so that they can be used for light emission. In this case, the efficiency can theoretically reach 100 percent. Phosphorescent LED systems consist of a phosphorescent emitter (transition metal complex (TE)) and organic molecules that improve charge injection and transport in the device (hole (HT) and electron transport (ET) materials). Recently, small phosphorescent molecules and charge transport materials were blended with a polymer matrix such as polyvinyl carbazole (PVK) for use as the emitting layer in PLEDs [1, 2]. This blend can be processed from solution. However, there are still some disadvantages in the use of such blend systems. Migration, aggregation and phase separation processes can occur during operation of the device, when the different molecules are not covalently attached to the polymer matrix. These processes lead to degradation of the active phosphorescent layer and shorten its lifetime. For this reason, Suzuki et al. proposed another solution [3]. They prepared copolymers in which the components were attached covalently as side groups to a non-conjugated polymer backbone. In our approach, bis(2-phenylpyridine)iridium(acetyl acetonate) [Ir(ppy)₂(acac)], N,N'-bis(3-methylphenyl)-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diamine (TPD)

and 2-(4-biphenyl)-5-(4-tert.-butylphenyl)-1,3,4-oxadiazole (PBD) were chosen as the phosphorescent emitter, hole transport and electron transport materials, respectively (Fig. 1). These molecules were functionalized with polymerizable styrene groups. The active structure and the styrene group were linked by a hexyl spacer or directly without a spacer. By blending polystyrene with TE, HT and ET, the optimum ratio of the phosphorescent emitter components was experimentally predetermined. The optimum ratio for the hole and electron transport units was around 1:2. The content of the transition metal complex was between 2 and 5 percent by weight. With these ratios, co- and terpolymers were obtained by random radical polymerization in THF initiated with AIBN. The molecular weights (M^w) were all around 60 000 g/mol, so that the polymers possessed good film-forming properties. The glass transition temperature of the copolymers obtained (Fig. 2) is greatly influenced by the spacer length of the monomers used. As expected, monomers with a short spacer have a higher glass transition temperature. If all the monomers have a short spacer, the glass transition temperature of the copolymers is nearly 200 °C. If all monomers have a hexyl spacer, the glass transition temperature is only slightly above room temperature. With the copolymers obtained, OLEDs with green, red and blue emission were prepared. The results for brightness and efficiency clearly indicate strong dependency on the glass transition temperature of the copolymers (Tab. 1). Consequently, monomers with short spacers are preferred for efficient devices.

Kontakt Contact



Dr. habil. Hartmut Krüger
 Telefon: +49 (0) 30/63 92-19 20
 Fax: +49 (0) 30/63 92-39 10
 hartmut.krueger@iap.fraunhofer.de

PD Dr. habil. Silvia Janietz
 Telefon: +49 (0) 30/63 92-12 08
 Fax: +49 (0) 30/63 92-39 10
 silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Bundesministerium für Bildung und Forschung
 Projekte 01 BK 919 und 01 BD 0685 (CARO)

Kooperation Cooperation

University of Braunschweig (Dr. H.-H. Johannes)
 LMU München (PD Dr. H. Boettcher)

Literatur Literature

- [1] X. H. Yang, D. Neher, D. Hertel, T. K. Däubler: »Highly efficient single-layer polymer electrophosphorescent devices« Adv. Mat. 16 (2004) 161
- [2] X. H. Yang, D. Neher: »Polymer electrophosphorescence devices with high power conversion efficiencies« Appl. Phys. Lett. 84 (2004) 2476
- [3] M. Suzuki, S. Tokito, F. Sato, T. Igarashi, K. Kondo, T. Yamaguchi: »Highly efficient polymer light-emitting devices with low driving voltage and long lifetime« Appl. Phys. Lett. 86 (2005) 103507

Terpolymer	MT270	MT271	MT313	MT317	MT318
efficiency [cd/A]	5 @ 8V	21 @ 8V	28 @ 6V	6,5 @ 8V	4,5 @ 6V
brightness [cd/m ²]	300 @8V	3000 @9V	5000 @10V	700 @8V	650 @9V
T _g [°C]	78	140	194	196	197
M _w [g/mol]	40.900	57.600	61.300	74.700	67.800
TE					
ET					
HT					

Tab. 1: Properties of synthesized copolymers and of the OLEDs prepared from them.

Polymere fangen Mikroorganismen aus Getränken

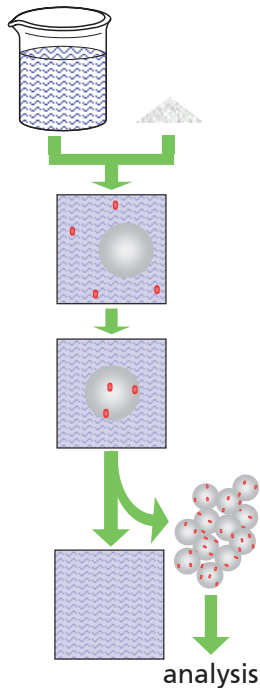


Fig. 1: Cell-capturing process in liquids.



Fig. 2: Plasma reactor for surface oxidation of polyethylene powder.

Getränkemikrobiologie

Während einige Mikroorganismen, z. B. Hefen, die Herstellung von Getränken wie Bier und Wein überhaupt erst ermöglichen, sind andere unerwünscht oder gar schädlich. Diese müssen in der Produktion in einem frühen Stadium erkannt werden, um rechtzeitig Gegenmaßnahmen ergreifen zu können. Die Qualitätskontrolle steht dabei vor dem Problem, in einer großen Flüssigkeitsmenge wenige Zellen nachzuweisen. Diese Zellen müssen aus viskosen oder mit Schwebstoffen beladenen Flüssigkeiten abgetrennt werden, um Proben für die mikrobiologische Diagnostik zu gewinnen. Die heute meist eingesetzten Membranfiltrations- oder Zentrifugationsmethoden sind zeitaufwändig oder versagen völlig.

Funktionalisierte Polymerpulver

In Kooperation mit der Universität Bonn und der Gen-IAL GmbH wurden ein Polymermaterial und ein Verfahren entwickelt, um Zellen aus Flüssigkeiten einzufangen und damit deren Abtrennung zu erleichtern. Ein Pulver aus Polyethylen (PE) [1] ist an der Oberfläche funktionalisiert und kann so leicht in wässrigen Flüssigkeiten dispergiert werden. Die Funktionalisierung sorgt auch dafür, dass Mikroorganismen wie Bakterien, Hefen und Pilze an der Oberfläche festgehalten werden. Fangquoten von 99,9 Prozent und eine Kapazität von 10^7 Keimen/g sind üblich. Das relativ grobe Pulver kann leicht abgetrennt werden. Die gebundenen Mikroorganismen werden dann kultiviert oder unmittelbar lysiert und z. B. mittels Real-Time-PCR (Polymerase-Kettenreaktion zur DNA-Vervielfältigung) analysiert. Das von der Gen-IAL GmbH hergestellte Kit vereinfacht die Qualitätskontrolle und ermöglicht den Nachweis von Schädlingen in Getränken schon im Anfangsstadium ihrer

Vermehrung. Die Tests können an abgepackten Produkten durchgeführt werden. Alternativ können Proben kontinuierlich aus einem Bypass genommen werden.

Herstellung und Analytik

PE-Pulver mit Partikelgrößen um 0,15 mm bieten sich aus einer Reihe von Gründen für die Anwendung an, denn sie bleiben aufgrund ihrer Dichte lange im Schwebzustand und treiben dann nach oben. Für die Funktionalisierung wird die Oberfläche zunächst in einem Plasma (elektrische Entladung) oxidiert. Im Labor wird dazu ein gepulster Wirbelbett-Reaktor (Fig. 2) verwendet, in dem die Energie im Radiofrequenzbereich durch eine außen liegende Ringelektrode eingekoppelt wird. Damit können Chargen von bis zu 10 g behandelt werden. Die im Plasma erzeugten Funktionalgruppen werden für die weitere Funktionalisierung genutzt. Die Anbindung von Polyethylenimin (PEI) verleiht den Oberflächen günstige Eigenschaften, um Mikroorganismen in saurem bis neutralem Medium einzufangen. Das oxidierte PE-Pulver wird dazu in eine erwärmte PEI-Lösung gegeben. Nicht gebundenes PEI wird durch Waschen mit Wasser entfernt. Die Behandlung im Plasma und in den konzentrierten Lösungen liefert ein steriles Pulver, das direkt konfektioniert und verpackt werden kann. Zur Qualitätskontrolle wird die Konzentration von Aminogruppen an der Pulveroberfläche durch Markierung mit Tropaeolin [2] (Fig. 3) bestimmt. Typische Werte liegen bei 8-10 $\mu\text{mol/g}$.

Gegenwärtig läuft in einer Reihe von Brauereien die Validierung dieser neuen Methodik. Parallel dazu wird das Upscaling der Pulverfunktionalisierung geplant. Das Material und die Methode des Cell-Capturing können vielfältig angewendet werden. Auch die Desinfektion von Flüssigkeiten ist damit möglich.

Polymers capture microorganisms in beverages

Microbiology of beverages

Some microorganisms are essential for the production of beverages. Without yeast we would not have a chance to enjoy beer or wine. However, other microbes are highly undesirable. Their occurrence in beverage production must be prevented. They have to be detected at an early stage of growth in order to take appropriate counter-measures. In this situation, quality control faces the challenge of detecting a small number of cells in a large volume of a liquid. These cells must then be separated from viscous or particle-laden liquids to obtain samples for microbiological diagnosis. Currently used methods such as membrane filtration and centrifugation are time-consuming and often totally ineffective.

Functionalized polymer powders

In cooperation with Bonn University and Gen-IAL GmbH, we have developed a polymeric material and method for capturing cells in liquids to facilitate their separation. A polyethylene (PE) powder [1] is surface-functionalized so that it can be easily dispersed in aqueous liquids. Bacteria, yeast cells, and fungi cells adhere to the surface. This way, up to 99.9 percent of the cells in the liquid can be captured up to a capacity of 10^7 germs/g. After capturing the cells, the coarse powder can be readily separated by a filter. Then the microorganisms can be cultivated or lysed directly to analyze their DNA, e.g. by real-time PCR (polymerase chain reaction for DNA amplification). The kits supplied by Gen-IAL make it easier to determine microorganisms in beverages at an early stage of growth. The tests can be performed on packaged products or samples can be taken continuously using a bypass in the production line.

Preparation and quality control

After dispersion, surface-functionalized PE powder with a particle size in the order of 0.15 mm floats in the liquid for a long time before drifting slowly upwards. To prepare the functionalized powder, the PE is oxidized in a plasma (electrical discharge). In the laboratory we use a pulsed fluidized-bed reactor (Fig. 2), which is powered by radio-frequency energy via an outer ring electrode. Up to 10 g of powder can be treated in a single run. The functional groups formed by the plasma are the starting point for the subsequent reactions. We coupled poly(ethylene imine) (PEI) to the surface as the cell-capturing material. This is perfectly suited to the application because it captures microorganisms in acid to neutral media. To conduct the reaction, the plasma-oxidized powder is dispersed in an aqueous PEI solution. At the end of the reaction, the excess polymer is removed by washing with water. As a result of the plasma treatment and dispersion in the concentrated reaction solution, the powder is sterile and can be packaged. The concentration of amino groups on the surface of the powder can be used for quality control. Labeling with the dye Tropaeolin [2] (Fig. 3) is an appropriate technique for determining the amino concentration. Values in the range 8-10 $\mu\text{mol/g}$ are known to give good results in the application.

Gen-IAL and a number of breweries are currently working to validate this new method. In parallel with this, we plan to scale up the powder functionalization process. The cell-capturing material and method are very versatile and can also be used to disinfect liquids.

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

Kooperation Cooperation

Gen-IAL GmbH
Bitburger Braugruppe GmbH
C. & A. Veltins GmbH & Co.

Patente Patents

A. Holländer, M. Keusgen, J. Krämer, A. Ferner.
»Verfahren zur spezifischen oder unspezifischen Separation von Zellen und/oder Viren aus flüssigen Medien und dessen Verwendung«
DE102005002343 (2005)

J. Schönling, G. Mücher. »Verfahren sowie Kit zur Sterilisierung von Mikroorganismen enthaltenden Flüssigkeiten«
DE102005002342A1 (2005)

Literatur Literature

- [1] GUR 2122, Ticona, www.ticona.com/index/products/uhmw-pe.htm
[2] A. Holländer: »Surface oxidation inside of macroscopic porous polymeric materials«
Surface and Coatings Technology 200/ 1-4 (2005) 561-564

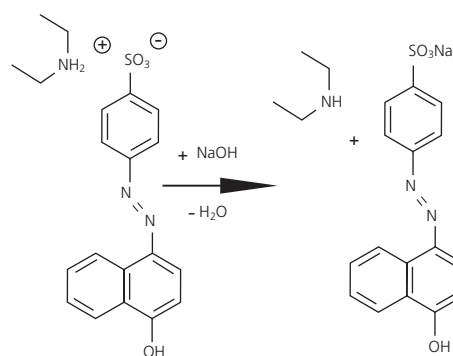


Fig. 3: Determination of amino group concentration by labeling with Tropaeolin.

Entwicklung strukturierbarer Materialien

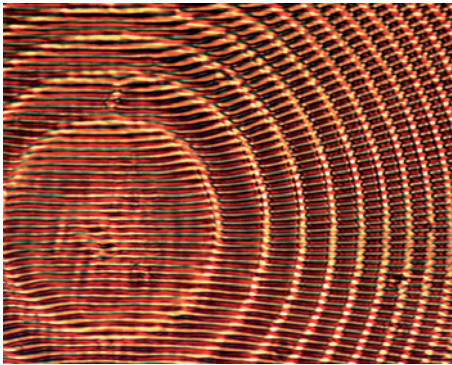


Fig. 1: Optical microscope image of a holographic lens in an azobenzene-containing material.

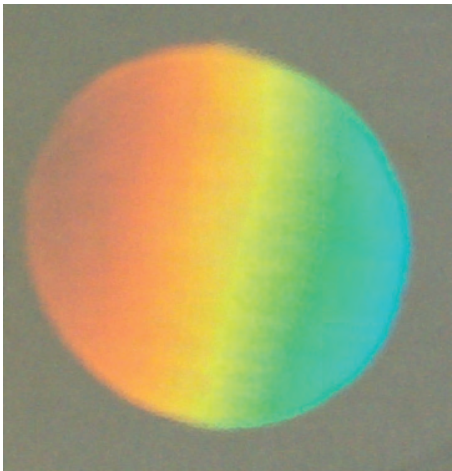


Fig. 2: Transmission volume grating (period 0.8 μm) in an organic-inorganic nanocomposite material containing 25 % w/w TiO_2 nanoparticles.

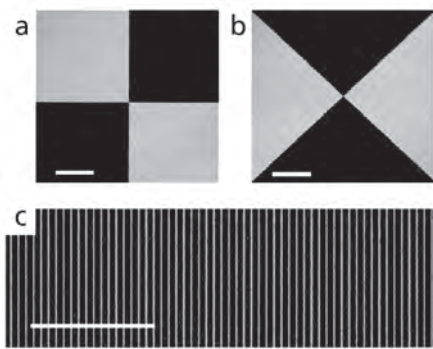


Fig. 3: Orientation pixels between crossed polarizers (a, b, bar: 100 μm) and holographic grating (c, bar: 25 μm) generated in ionic dye/surfactant complexes by linearly polarized exposure.

Für die Entwicklung optischer Technologien sind neuartige, photostrukturierbare Materialien einschließlich neuer Strukturierungstechnologien erforderlich. So werden voll-optisch strukturierbare Materialien zur Herstellung diffraktiv-optischer Volumen- und Oberflächenelemente, funktionalisierter Oberflächen und zur optischen Datenspeicherung benötigt. Die Oberflächenstrukturen erlauben ein »Fast Prototyping« und lassen sich kostengünstig replizieren. Bei der Herstellung diffraktiv-optischer Volumenelemente bilden die Materialien zugleich die Funktionselemente, so dass neben Strukturierbarkeit exzellente optische Eigenschaften und hohe Stabilität erforderlich sind. Es wurden verschiedene Materialkonzepte entwickelt, die voll-optisch, d. h. ohne nasschemische Prozessschritte, strukturiert werden können.

Mit dieser Zielstellung wurden supra-molekulare Azobenzene enthaltende Materialien [1, 2] entwickelt, die bei inhomogener Bestrahlung eine voll-optische Oberflächenstrukturierung durch lichtinduzierten Massetransport erlauben (Fig. 1). Herkömmliche, in ihrer Herstellung teure Polymere können so ersetzt werden. Damit wird die effiziente Herstellung diffraktiv-optischer Elemente und funktionaler Oberflächen mit gezielt einstellbaren Eigenschaftsprofilen für Anwendungen in optischen Technologien und in der Biotechnologie möglich. Diese Strukturen lassen sich durch Abformen einfach replizieren. Wesentliche Vorteile gegenüber den bisher eingesetzten Verfahren sind kostengünstig herstellbare Materialien, umweltfreundliche Lösungsmittel, das Wegfallen nasschemischer Entwicklungsschritte, die Erzeugung von Strukturen mit kontinuierlichen Profilen sowie die Möglichkeit nachträglicher Modifizierung der Strukturen. Des Weiteren entwickeln wir photo-

polymerisierbare Materialien [3, 4], in denen die Strukturierung in einem voll-optischen Ein-Stufen-Prozess erfolgt. Die bei holographischer oder Maskenbelichtung nicht-homogen ablaufende Photopolymerisation in den Hell- und Dunkelbereichen führt zu Unterschieden in der Zusammensetzung und damit zur Modulation der Brechzahl. Während klassische organische Materialien nur ein relativ geringes Innovationspotenzial besitzen, kombinieren Nanokomposite die Vorzüge sowohl organischer als auch anorganischer Verbindungen in neuartigen Materialien mit signifikant höherem Brechzahlhub und höherer Stabilität. So ermöglichen neuartige Nanokomposite die hocheffiziente, stabile und kostengünstige Herstellung diffraktiver Volumenelemente (Fig. 2). In Kompositen mit Flüssigkristallen induziert die Photopolymerisation eine vollständige Phasenseparation, so dass Bereiche vernetzter Polymere und orientierter Flüssigkristalle entstehen. Dadurch werden sehr hohe Hologrammeffizienzen erreicht. Außerdem lassen sich derartige diffraktive Elemente durch elektrische Spannung tunen und schalten.

Bei einer dritten Klasse photosensitiver Materialien bewirkt die Bestrahlung mit polarisiertem Licht die reversible oder irreversible Orientierung der Polymerfilme, wodurch die Herstellung anisotroper Schichten und Polarisations-elemente möglich wird (Fig. 3) [5]. Auch hier wurden neben Materialien mit kovalent gebundenen photoaktiven Gruppen supra-molekulare Systeme auf Basis ionischer Wechselwirkungen entwickelt. Sie zeichnen sich durch extrem hohe Werte optischer Anisotropie (1:50) aus. Im Vergleich zu bisher üblichen Polymeren konnten die Herstellungskosten reduziert und die thermische Stabilität drastisch erhöht werden.

New materials for all-optical patterning

Progress in optical technologies requires new photo-patternable materials and patterning technologies. Such materials are needed to produce diffractive-optical volume or surface elements and functionalized surfaces, as well as for optical data storage. Surface patterns allow fast prototyping and low-cost replication processes. In the case of diffractive-optical volume elements, the requirements for the materials are more complex because they also form the device. This means that, in addition to good patterning, excellent optical properties and high stability are needed. Different material concepts were developed that allow all-optical patterning without any wet chemical processing.

Supramolecular azobenzene-containing materials [1, 2] were developed that allow all-optical surface patterning through light-induced mass transport with non-homogeneous exposure (Fig. 1). The new material concept enables conventional polymers with covalently attached azobenzene moieties produced by a cost-intensive synthesis process to be replaced. Efficient formation of functionalized surfaces with a tailored property profile for use in optical technologies and biotechnology is now possible. These surface patterns can be easily replicated. Compared with the technologies previously used, the key advantages of the new concept are low-cost materials, environmentally friendly solvents, elimination of wet chemical development steps, patterns with a continuous profile, and the possibility of post-modifying the patterns formed.

Photocurable polymers and nanocomposites [3, 4] for the production of diffractive volume elements by all-optical one-step patterning were also developed. Non-homogeneous photopolymerization in the bright and dark areas with interference pattern or mask exposure causes a variation in chemical composition, and therefore a refractive index modulation. While conventional organic materials only have low innovation potential, nanocomposites combine the advantages of organic and inorganic compounds in new materials with a significantly higher refractive index contrast and improved stability. The new nanocomposites allow highly efficient, stable production of diffractive volume elements at low cost (Fig. 2). In composites containing liquid crystals, photopolymerization induces complete phase separation between polymer network areas and planar-aligned liquid crystals. In this way, electrically switchable and tuneable volume elements of exceptionally high efficiency can be developed.

With a third class of photosensitive materials, exposure to polarized light causes reversible or irreversible orientation of polymer films. This allows anisotropic layers and polarization elements to be produced (Fig. 3). In addition to covalently bonded functional polymers, new types of supramolecular systems based on ionic interactions were developed. They are characterized by extremely high optical anisotropy values (1:50). In comparison with the polymers previously used, preparation costs were reduced and thermal stability was significantly enhanced.

Kontakt Contact



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

Dr. Olga Kulikovska
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 55
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-32 59
olga.kulikovska@iap.fraunhofer.de

Dr. Thomas Fischer
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 63
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-32 59
thomas.fischer@iap.fraunhofer.de

Kooperation Cooperation

UP Transfer GmbH an der Universität Potsdam,
Max-Planck-Institut für Kolloid- und
Grenzflächenforschung, Potsdam

Patente Patents

J. Stumpe, O. Kulikovska, L. Goldenberg,
*Film forming material for the light-induced
generation of optical anisotropy and surface relief
structures by irradiating a film of the said material,*
PCT/EP 2005/ WO 2006/24500 A1), PCT/EP
2005/056612 (WO 2006/061419 A2), 2005.

J. Stumpe, S. Slussarenko, O. Sakhno, *High-
efficient tuneable and switchable elements based
on polymer-LC composition and films, mixtures
and a method for their production,*
PCT/EP 2005/006950 (WO 2006/002870 A1),
2005.

Y. Zakrevskyy, J. Stumpe, C. F.J. Faul,
*Film forming photosensitive materials for the light
induced generation of optical anisotropy,* PCT/
EP2006/062074 (WO2006/117403 A1), 2006.

Literatur Literature

[1] O. Kulikovska, K. G. Hubmann, J. Stumpe:
»Polymer surface relief structures caused by light-
driven diffusion« Proc. SPIE, Vol. 4802 (2002)
85-93

[2] L. Goldenberg, O. Kulikovska, J. Stumpe:
»Thermal stable holographic surface relief gratings
and switchable optical anisotropy in films
of an azobenzene containing polyelectrolyte«
Langmuir 21 (2005) 4794-4796

[3] G. Abbate, F. Vita, A. Marino, V. Tkachenko,
S. Slussarenko, O. Sakhno, J. Stumpe: »New
generation of holographic gratings based on
polymer-LC composites: POLICRYPS and POLIPHEM«
Mol. Cryst. Liq. Cryst. 453 (2006) 1-13

[4] T. Smirnova, O. Sakhno, V. Bezrodnyj,
J. Stumpe: »Non-linear diffraction in gratings
based on polymer-dispersed TiO₂ nanoparticles«
Appl. Phys. B. 80 (2005) 947-951

[5] Y. Zakrevskyy, J. Stumpe, C. F.J. Faul: »Light-
induced optical anisotropy in photosensitive ionic
self-assembly complexes« Adv. Mater. 18 (2006)
2133-2136

Extrudierbare thermochrome Kunststoffe



Fig. 1: The three components of a thermochromic leuco dye-developer-solvent system.

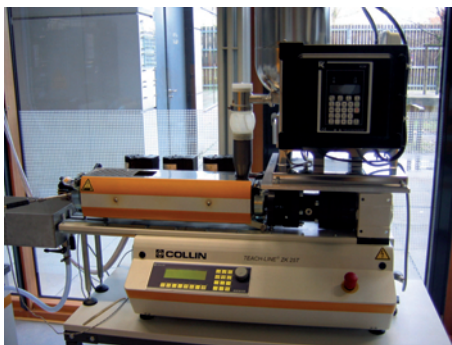


Fig. 2: Twin screw extruder for the production of masterbatches.

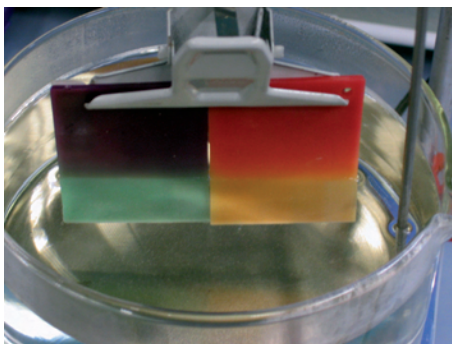


Fig. 2: Switching of thermochromic polymer plates produced by injection molding.

Farbe spielt 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. Neben neuartigen Designeffekten ermöglicht die Thermochromie auch eine Visualisierung von Oberflächentemperaturen bzw. eine Anzeige der Über- oder Unterschreitung von vorgegebenen Grenztemperaturen. Dies eröffnet vielfältige Anwendungsmöglichkeiten beispielsweise im Bereich des Maschinenbaus, der Medizintechnik, der Elektrotechnik, der Sicherheitstechnik und der Verpackungsindustrie. Für jede spezifische Anwendung werden dabei maßgeschneiderte thermochrome Materialien benötigt, die sich von den bisher verwendeten Materialien lediglich durch die zusätzliche Funktion der Thermochromie unterscheiden. Die erreichte Stabilität der thermochromen Materialien und deren enorme Anwendungsbreite lässt das Erscheinen der ersten Produkte auf dem Markt bald erwarten.

Schwerpunkt unserer Materialentwicklung ist die Überführung von thermochromen Effekten in Polymermatrices - Thermoplaste, Duromere, Elastomere, Lacke und Coatings - ohne deren sonstige Eigenschaften signifikant zu verändern. Die dafür zu entwickelnden thermochromen Additive müssen nicht nur in der Polymermatrix stabil sein, sondern auch deren Verarbeitungs- bzw. Herstellungsprozess unbeschadet überstehen. Bei Thermoplasten ist dies die Verarbeitung mittels Extrusionsverfahren, bei Duromeren und Elastome-

ren der Vernetzungsprozess und bei Lacken und Coatings das Aushärtungsverfahren. All diese Matrices stellen somit unterschiedliche Anforderungen an die chemische, mechanische und thermische Stabilität der thermochromen Additive.

Der thermochrome Effekt in Leucofarbstoffsystemen basiert auf einem reversiblen Ringöffnungs-/Ringschließungs-Mechanismus des Laktorings in Gegenwart eines Entwicklers und eines Schmelzmittels am Phasenübergang von fest nach flüssig. Fig. 1 zeigt die drei Komponenten eines solchen thermochromen Komposits. Alle drei Komponenten sind farblos. Erst durch deren Wechselwirkung miteinander entsteht ein im Festen farbiges und im Flüssigen farbloses Komposit. Damit der thermochrome Effekt dieses Komposits nach der Überführung in eine Polymermatrix erhalten bleibt, müssen alle drei Komponenten auch in der Polymermatrix zusammenbleiben, d. h. deren Wechselwirkungen untereinander müssen stärker sein als die mit dem Polymer. Insbesondere dürfen keine chemischen Reaktionen zwischen dem Komposit und der Matrix auftreten. Um dies zu erreichen, wurden je nach Matrix unterschiedliche Schutztechnologien entwickelt. Dabei wird das thermochrome Komposit in einer Tensid- oder Polymerhülle eingeschlossen und somit von der Matrix abgeschirmt. Für Thermoplaste entwickelte, geschützte, thermochrome Additive können beispielsweise mit einem Doppelschneckenextruder (Fig. 2) zu einem Masterbatch verarbeitet werden. Unter Erhalt der thermochromen Eigenschaften lassen sich mit diesem Batch im Spritzgussverfahren bereits praxisrelevante Kunststoffartikel herstellen (Fig. 3).

Extrudable thermochromic polymers

Color plays an important role in our everyday life. In general, the color of a material is not dependent on its temperature. However, a few so-called thermochromic materials modify their color in response to temperature changes. These color changes can occur suddenly at a sharply defined switching temperature or continuously over a wide temperature range. They can also be reversible or irreversible. Besides providing novel design effects, thermochromism can potentially make it possible to visualize surface temperatures in order to indicate when predefined maximum or minimum temperature limits are being exceeded or understepped. These effects can be used in many different industrial applications, such as machine construction, medical technology, electrical engineering, safety technology and the packaging industry. For each individual application, specially tailored thermochromic materials are required. Although their market potential is enormous, no thermochromic product has been successfully established on the market so far.

Our material development work is focused mainly on doping commercial mass-market polymers – thermoplastics, thermosets, elastomers, paints and coatings – with thermochromic additives, while aiming that all other material properties of the resulting thermochromic polymers remain unchanged. This requires thermochromic additives that are stable in the polymer matrix and also withstand polymer manufacture and processing (e. g. extrusion of thermoplastics, crosslinking of thermosets and elastomers, curing of paints and coatings). All these polymer matrices therefore impose different sets of

demands on the chemical, mechanical and thermal stability of thermochromic additives.

The thermochromic effect of leuco dye systems is based on a reversible ring opening/ring closing mechanism of the lactone ring structure in the presence of a developer and a solvent component, which takes place at the melting point of the system. Fig. 1 shows the three components of such a thermochromic composite. All three components are colorless. Only after interaction with each other the composite becomes colored in the solid state and colorless when molten. When such a leuco dye system is dispersed in a matrix, the thermochromic effect is maintained if the three components are kept together and the interaction between them is stronger than their interaction with the matrix. In particular, no chemical reaction between the composite and the matrix should occur. To fulfill these requirements for different polymer matrices, matrix-specific protection technologies were developed. The aim of the protection technologies is to encase the thermochromic composite in either a surfactant or a polymer shell and so separate it from the matrix. This strategy was used, for example, to obtain protected thermochromic additives for thermoplastics. They can be processed into a masterbatch on a twin-screw extruder (Fig. 2). From these masterbatches, practically relevant plastic articles with thermochromic properties can be produced by injection molding (Fig. 3).

Kontakt Contact



Dr. Ralf Ruhmann
Telefon: +49 (0) 30/63 92-20 64
Fax: +49 (0) 30/63 92-20 65
ralf.ruhmann@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. Detlef Löttsch
Telefon: +49 (0) 30/63 92-20 34
Fax: +49 (0) 30/63 92-20 65
detlef.loetzsch@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

5 bilaterale FuE-Kooperationsverträge
Bundesministerium für Bildung und
Forschung, Förderkennzeichen 03X4003C
Bundesministerium für Wirtschaft und
Technologie, Förderkennzeichen 0329820E
Bundesministerium für Wirtschaft und
Technologie, Förderkennzeichen 0329820F

Kooperation Cooperation

BTU Cottbus, Cottbus

Literatur Literature

- [1] A. Seeboth, D. Löttsch, R. Vetter:
E. Potechius : »Thermochroic Effects of Leuco
Dyes Studied in Polypropylene« Chinese Journal
of Polymer Science 24/ 4 (2006) 262-268
[2] A. Seeboth, R. Ruhmann, D. Löttsch:
»Thermochromic polymer materials«
PMSE Preprints 95 (2006) 868-869

Polarisierte Fluoreszenz als fälschungssicheres Sicherheitsmerkmal



Fig. 1: Thin film of a polarized fluorescent material (original size 4x4 cm) under UV light, viewed without a polarizer.



Fig. 2: Thin film of a polarized fluorescent material (original size 4x4 cm) under UV light, viewed through a polarizer perpendicular to the orientation axis of the material.



Fig. 3: Thin film of a polarized fluorescent material (original size 4x4 cm) under UV light, viewed through a polarizer parallel to the orientation axis of the material.

Sicherheitsmerkmale in Form von dünnen Kunststoffschichten (Folien, Aufdrucke etc.) mit polarisiert fluoreszierenden Eigenschaften stellen Fälscher vor eine neue, fast nicht lösbare Herausforderung. Ohne Kenntnis der entsprechenden chemischen Struktur können solche Materialien praktisch nicht hergestellt werden. Ein derartiges optisches Funktionsmaterial ist durch die Kombination einer polymerisierbaren Matrix mit einem ebenfalls polymerisierbaren und fluoreszierenden Farbstoff realisierbar.

Die Anforderungen an ein solches Material sind hoch: Der Farbstoff muss in der Lage sein, polarisierte Fluoreszenz im sichtbaren Licht zu erzeugen, d. h. eine chromophore Molekülstruktur besitzen. Nur bei stäbchenförmiger Molekülgeometrie ist die parallele Orientierung derartiger Farbstoffmoleküle in einer flüssigkristallinen, nematischen Matrix möglich, da sich hier die Längsachsen der Moleküle parallel zueinander ausrichten. Der Farbstoff sollte also möglichst selbst eine nematische Phase aufweisen, um eine unbegrenzte Mischbarkeit in einer nematischen Matrix zu gewährleisten. Darüber hinaus sollten sämtliche Komponenten polymerisierbar sein, um die Funktionalität des Materials langfristig zu erhalten. Bisher sind nur ganz wenige Farbstoffe bekannt, die ausreichende Fluoreszenzeigenschaften und gute Löslichkeiten in nematischen Matrices miteinander verbinden.

In aufwändigen Synthesearbeiten wurden am Fraunhofer IAP polymerisierbare Farbstoffe entwickelt, die einerseits fluoreszierende Eigenschaften besitzen und andererseits als Rein-

substanz in einem weiten Temperaturbereich selbst eine nematische Phase aufweisen. Es ist uns gelungen, derartige Farbstoffe in eine nematische Matrix aus Reaktivmesogenen einzumischen, auf ein Substrat mit einer Orientierungsschicht aufzubringen (z. B. durch spin-coating) und zu polymerisieren. Die Moleküllängsachsen sind dann parallel zueinander orientiert und durch die Vernetzung dreidimensional fixiert.

Bestrahlung mit UV-Licht erzeugt dann durch die einheitliche Orientierung der Farbstoffmoleküle polarisierte Fluoreszenz, die sich sehr einfach beobachten lässt: Legt man eine solche Probe unter ein handelsübliches UV-Testgerät zur Prüfung von Banknoten und betrachtet die fluoreszierende Probe durch einen Polarisationsfilter, so wird in einem Fall keine Fluoreszenz beobachtet (Polfilterachse senkrecht zur Orientierungsachse), hingegen wird bei paralleler Anordnung der Polfilterachse und der Orientierungsachse Fluoreszenz beobachtet (Fig. 1-3).

Die Fälschungssicherheit lässt sich noch weiter erhöhen durch die Zugabe eines chiralen Dotierstoffes. Dadurch wird die nematische Phase entweder rechts- oder linkshändig verdrillt. Wird ein bestimmtes Mischungsverhältnis des chiralen Additivs erreicht, wird entweder rechts oder links zirkular polarisierte Fluoreszenz im sichtbaren Wellenlängenbereich bei Bestrahlung mit UV-Licht erzeugt. Folien oder Aufdrucke, die zirkular polarisierte Fluoreszenz erzeugen, sind ohne Kenntnis der exakten chemischen Zusammensetzung und der Fertigungstechnik fast nicht zu fälschen.

Anti-counterfeit security labels based on polarized fluorescence

Security labels in the form of thin plastic layers (e.g. films, logos, etc.) with polarized fluorescence properties are a challenge for counterfeiters. Without exact knowledge of the material's chemical structure and composition, it is virtually impossible to falsify those elements. Optical functional materials of this type can be produced by combining a polymerizable matrix with a polymerizable fluorescent dye.

The requirements for such a material are high: the dye needs to be able to generate polarized fluorescence in the visible region of light, i.e. it must have a chromophoric molecular structure. At the same time, the molecular geometry of the dye has to be rod-shaped to allow parallel orientation of the molecules in a liquid crystalline, nematic matrix. The dye itself should therefore have a nematic phase to enable complete miscibility within the nematic matrix. All components should be polymerizable to ensure long-term functionality of the final material. So far only a very few dyes have been synthesized that combine sufficient fluorescence properties with good solubility in nematic matrices.

As a result of complex synthesis work, the Fraunhofer IAP developed polymerizable dyes with both fluorescence properties and, in the pure substance, a nematic phase over a large temperature range. It was then possible to mix those dyes into a nematic mixture of reactive mesogens, apply the mixture by, for example, spin-coating, onto substrates with an orientation layer, and finally to polymerize the resulting thin film. In this way, the longitudinal molecular axes are oriented parallel to

each other and are three-dimensionally fixed by crosslinking.

Subsequent exposure to UV light generates polarized fluorescence due to the parallel orientation of the dye molecules. This effect can be very easily demonstrated. If the sample is illuminated under a conventional UV lamp (for proving the authenticity of banknotes) and viewed through a polarizing filter, fluorescence is only observed when the polarizing filter axis is parallel to that of molecular orientation. If the axes are perpendicular to each other, no fluorescence can be seen (Fig. 1-3).

But how could this technique be made more secure against counterfeiting? By adding a chiral, i.e. optically active, dopant, the nematic phase can be given a right-handed or left-handed twist. At a certain mix ratio of the chiral dopant, either left or right circularly polarized fluorescence in the visible region of light is generated by the material under UV light. Without detailed knowledge of the chemical composition and the manufacturing technique, foils or logos that emit circularly polarized fluorescence are virtually impossible to counterfeit.

Kontakt Contact



Dr. Hans Sawade
Telefon : +49(0)331/568-19 19
Fax : +49(0)331/568-30 00
hans.sawade@iap.fraunhofer.de

PD Dr. Dietmar Janietz
Telefon : +49(0)331/568-11 50
Fax : +49(0)331/568-39 10
dietmar.janietz@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

Synthon Chemicals GmbH, Wolfen
Bundesministerium für Wirtschaft und
Technologie



pioneers in polymers

pioneers in polymers



Synthese- und Polymertechnik

Synthesis and polymer technology

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Polymerbausteine aus erneuerbaren Ressourcen

Polymer components based on renewable resources

Anwendungen und Dienstleistungen

Applications and services

Mikroverkapselte probiotische Bakterien für den Lebensmittelbereich (FLOCAP)

Microencapsulated probiotic bacteria for the food sector (FLOCAP)

Nanokomposite

Nanocomposites

Weißer Biotechnologie für die Polyestersynthese

White biotechnology for polyester synthesis

Polymerbausteine aus erneuerbaren Ressourcen

Mit Cellulose, Hemicellulose, Stärke, Chitin und einer Vielzahl weiterer Polysaccharide stellt die Natur eine nahezu unerschöpfliche Menge an Biopolymeren zur Verfügung. Durch unterschiedlichste Modifizierungen der Rohstoffe finden diese Stoffsysteme heute wieder eine relativ breite Anwendung. Allerdings kann die benötigte Eigenschaftsvielfalt gerade im Bereich Bauteile damit noch nicht abgedeckt werden. Deshalb besitzen klassische Kunststoffe auf Basis fossiler Rohstoffe – wie Polyolefine, Polyamide, Polyester oder Polyurethane – nach wie vor den überwiegenden Marktanteil auf dem Polymersektor. Der Anteil des Erdöls, der für die chemische Veredlung zu Kunststoffen verwendet wird, liegt unter 10 Prozent. Dennoch haben die Ressourcenverknappung von Erdöl und Erdgas und die damit verbundenen drastisch steigenden Marktpreise in den letzten Jahren zu neuen Konzeptansätzen auf dem Gebiet der Kunststoffherzeugung geführt. Durch Kombination biotechnologischer und chemischer Prozesse gelingt es zunehmend, Synthesziele selektiver zu erreichen. Zudem erweisen sich diese Prozesse als ökonomisch und ökologisch günstiger. Es ist zu erwarten, dass mit weiteren Erkenntnisfortschritten in den Bereichen Biochemie und Biotechnologie die Gesamtentwicklung zukünftig noch rascher verlaufen wird.

Die unter dem Begriff »weiße Biotechnologie« geführte FuE-Richtung bringt schon heute eine Reihe von Grundstoffen hervor, die das Potenzial besitzen, erdölbasierende Produkte der kunststofferzeugenden Industrie abzulösen oder zu ergänzen. Monomerbausteine wie 1,3-Propandiol, gesättigte oder ungesättigte α,ω -Diole, α,ω -Diamine, α,ω -Dicarbonsäuren oder α,ω -Dicarbonsäuren mit höheren Methylengruppenzahlen, die in biotechnischen Prozessen aus nativen pflanzlichen Ölen erhalten werden, stellen Grundstoffe zur Synthese von Polyestern, Polyamiden, Polyesteramiden oder Polyurethanen dar. Die Wertschöpfung aus Glycerin – einem Nebenprodukt der Biodieselfraffinierung – ist in Verbindung mit den steigenden Zuwachsraten der Biodieselferwertung als Kraftstoff oder in der Grundstoffchemie, von grundsätzlicher Bedeutung. Dabei ist 1,3-Propandiol, das schon heute biochemisch sehr selektiv aus Glycerin gewonnen werden kann, von kommerziellem Interesse. Mit 1,3-Propandiol als Baustein kann bei der Polyestersynthese das Eigenschaftsprofil zwischen Polyethylenterephthalat und Polybutylenterephthalat ergänzt werden. Die polymerchemische Verwertung von 1,3-Propandiol ist innerhalb eines Fraunhofer-Verbundprojekts Teilaufgabe des Fraunhofer IAP. Dabei waren die

Untersuchungen im vergangenen Jahr insbesondere auf die Synthese- und Eigenschaftsoptimierungen von Polytrimethylenterephthalat gerichtet. 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 stärkehaltiger Agrarrohstoffe erzeugt. Polylactid als biologisch abbaubarer Polyester hat sich als Nischenprodukt schon heute insbesondere im Bereich medizinischer Anwendungen und auf dem Verpackungssektor etabliert. Gezielte Optimierung einzelner Stufen des Syntheseprozesses, zusammen mit der angestrebten erhöhten Variabilität der Produkteigenschaften – durch Copolymerisation, reaktives Blenden oder Compoundieren – lassen für PLA-Produkte zukünftig enorme Marktentwicklungspotenziale erwarten. Sowohl durch Untersuchungen zur Verbesserung derzeit noch nicht optimal gelöster Teilschritte des Syntheseprozesses als auch durch die Einstellung neuer Produkteigenschaften über statistische und nichtstatistische Copolymerisation und reaktives Blenden wollen wir Beiträge zur technischen Umsetzung des Verfahrens in den industriellen Maßstab leisten.

Nanokomposite – neue Polymersysteme mit verbesserten Materialeigenschaften

Die ständig steigenden Marktanforderungen an hochwertige technische Kunststoffe, aber auch das Bestreben der Polymerhersteller neue Marktsegmente zu besetzen, führen zu immer höheren Anforderungen an das Eigenschaftsprofil der Materialien, z. B. verbesserte mechanische oder thermische Eigenschaften. Daneben spielen auch Kriterien wie verbesserte Barriereigenschaften oder elektrische Eigenschaften eine zunehmende Rolle. Durch Compoundierung mit nanoskaligen Partikeln können die Leistungsparameter von Polymermaterialien zum Teil erheblich verstärkt werden. Nanokomposite stellen deshalb eine neue Materialklasse im Kunststoffsektor dar. Polymeranwender wie die Automobilindustrie oder der Verpackungssektor erhoffen sich entscheidende Fortschritte beim Einsatz solcher neuen Systeme. Prinzipiell können Nanokompositmaterialien unter technologischen Gesichtspunkten durch Compoundierung der Polymer-schmelzen mit Nanopartikeln oder durch in-situ-Polymerisation hergestellt werden. Die Verstärkung im Syntheseprozess kann dabei von Vorteil sein, weil die thermischen Belastungen des Polymers weitaus geringer sind. Grundsätzlich kann die Einarbeitung

der Nanomaterialien im in-situ-Prozess je nach Stoffsystem bereits zu Beginn, während des Polymerisationsprozesses oder innerhalb der Finishing-Stufe einer Polymerisation erfolgen.

Die Arbeiten im Forschungsbereich zu diesem Themengebiet zielen insbesondere auf die Herstellung von Nanokompositmaterialien durch in-situ-Verfahren und die Erarbeitung der für die jeweiligen Stoffsysteme (Polymermatrix und Nanopartikel) optimalen Bedingungen bei der Polymerisation. Die erfolgreich abgeschlossenen ersten orientierenden Arbeiten zu in-situ-Polyamidsynthesen werden deshalb mit systematischen Arbeiten fortgesetzt.

Mikroverkapselung

Die Herstellung polymerbasierter Mikrokapseln und Matrixpartikel durch reaktive und nichtreaktive Kapselungsverfahren ist Schwerpunkt der Arbeitsgruppe »Mikroverkapselung«. Parallel zu den Partikelbildungsprozessen werden auch die verwendeten Polymere anwendungsorientiert sowohl den jeweiligen Verfahren als auch den Anforderungen der Nutzer angepasst. Als Wandmaterialien kommen natürliche und auch synthetische Polymere zum Einsatz. Nachfrageorientiert wurden bisher vor allem Controlled-Release-

Systeme für bioaktive Wirkstoffe (Pharmaka, Pestizide) und reaktive Komponenten in diversen Consumer- und technischen Produkten (Katalysatoren, Initiatoren, Stabilisatoren, Härter, etc.) hinsichtlich ihrer Charakterisierung und Applikation bearbeitet. Das Spektrum der in der Arbeitsgruppe untersuchten Wirkstoffe reicht von parenteral zu applizierenden Pharmaka (Peptidhormone, Steroide) über Lebens- und Futtermittelergänzungstoffe bis hin zu Partikelsuspensionen für die latente Wärmespeicherung.

Polymer components based on renewable resources

With cellulose, hemi-cellulose, starch, chitin and many other polysaccharides, nature provides an almost inexhaustible supply of biopolymers. As a result of various modifications to these raw materials, such systems have found relatively wide application in practice. However, they do not yet offer the diverse property profile required for polymer components. That is why the traditional plastics based on fossil raw materials, such as polyolefins, polyamides, polyesters and polyurethanes, continue to dominate the polymer market. Although less than 10 percent of petroleum is used as a feedstock for plastics production, the shortage of petroleum and natural gasoline and the associated steep rise in market prices for fossil raw materials in recent years have led to new concepts in plastics production. By combining biotechnological and chemical processes, synthesis aims can be achieved more selectively. In addition, synthesis processes can be made more cost-effective and eco-friendly. With further advances in the areas of biochemistry and biotechnology, it is expected that this whole development process will speed up in future.

»White biotechnology« is already producing a range of primary materials with the potential to replace or complement oil-based products used by the plastics industry. Monomer components such as 1,3-propanediol,

saturated or unsaturated α,ω - diols, α,ω - diamines, α,ω -dicarboxylic acids or α,ω -hydroxycarboxylic acids with higher numbers of methylene groups are obtained by biotechnological conversion of vegetable oils. They can be used for the synthesis of polyesters, polyamides, polyester amides and polyurethanes. The value-adding capacity of glycerin – a by-product of bio-diesel production – is extremely important in view of the increasing use of bio-diesel as a fuel. In particular, 1,3-propanediol – which can already be produced biochemically from glycerin with high selectivity – is presently of commercial interest. By using 1,3-propanediol in polyester synthesis, the property gap between polyethylene terephthalate and polybutylene terephthalate can be filled. As part of a Fraunhofer alliance project, the Fraunhofer IAP is investigating the use of 1,3-propanediol in the synthesis of polyesters and polyurethanes. Last year, research focused particularly on optimizing the synthesis and properties of polytrimethylene terephthalate.

On the basis of lactic acid and the di-lactide derivative obtained from it, the plastic polylactide (PLA) can be synthesized via various technologies. Lactic acid is produced from starch containing agricultural raw materials by bioconversion. Polylactic acid – as a biodegradable polyester – has already established

itself as a niche product, particularly in the medical and packaging sectors. Huge market development potential is expected for PLA products in the future. This will result from improved control of individual synthesis steps and greater flexibility in varying product properties to meet a specific requirement profile – which is perfectly feasible through copolymerization, reactive blending or compounding.

Our research reflects these objectives. With improvements in partial steps of the synthesis process and the creation of novel product properties via random or non-random copolymerization and reactive blending, we aim to contribute to the technological conversion of this process to the industrial scale.

Nanocomposites – novel polymer systems with improved material properties

The continually increasing market requirements for high-quality engineering plastics and ambition of polymer manufacturers to occupy new market segments are placing ever higher demands on material property profiles (e.g. in terms of improved mechanical and thermal properties). In addition, criteria such as improved electrical or barrier properties are playing a more important role. By compounding with nanoscale particles, the performance parameters of polymer materials can be considerably enhanced in some cases. Nanocomposites are therefore an emerging new class of materials in the plastics sector. Plastics consumers such as the automotive industry or the packaging sector expect important advances to be made through the use of such new systems. In principle, nanocomposite materials can be manufactured by compounding polymer melts with nanoparticles or by in-situ polymerization. Reinforcement during the synthesis process can be an advantage, because the thermal stresses on the polymer are much lower. In the in-situ process, nanoparticles can be incorporated at the beginning, during polymerization or in the finishing stage, depending on the material system. Fraunhofer IAP's research work

in this area is directed towards manufacturing nanocomposite materials by various in-situ processes and determining optimum polymerization conditions for the particular material system (polymer matrix and nanoparticles). Our successfully completed exploratory studies on in-situ polyamide syntheses using nanoparticles will be systematically followed up.

Microencapsulation

Preparation of polymer-based microcapsules and matrix particles by reactive and non-reactive encapsulation processes is the main focus of the »microencapsulation« project group. The aim of our work is to tailor not only particle formation processes but also the polymer systems to particular processes or user application requirements. The wall materials used can be either natural or synthetic polymers. In response to demand, we have concentrated so far on controlled-release systems for bioactive agents (pharmaceuticals, pesticides) and reactive components in various consumer and industrial products (catalysts, initiators, stabilizers, hardeners, etc.). Our main concerns are the characterization and application of these materials. The spectrum of active agents used by the research group ranges from parenteral-

ly applied pharmaceuticals (peptide hormones, steroids) through food and animal feed additives to particle suspensions for latent heat storage. This comprehensive expertise in active agent encapsulation is supported by relevant knowledge of the chemistry, technology, processing and application of polymers.

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

- Faser verstärkte und gefüllte Kompositmaterialien
- Biokomposite
- Nanokomposite

Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Kunststoffadditiven

- Pharmaka
- Lebens- und Futtermittelergänzungsstoffe
- 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

Mikroverkapselte probiotische Bakterien für den Lebensmittelbereich (FLOCAP)

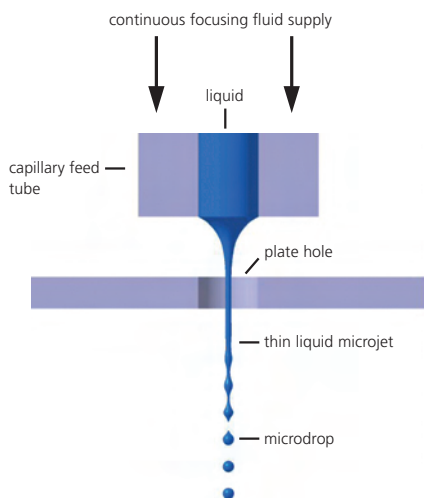


Fig. 1: Schematic diagram of the FFT nozzle principle (diagram by Ingeniatics, Spain).

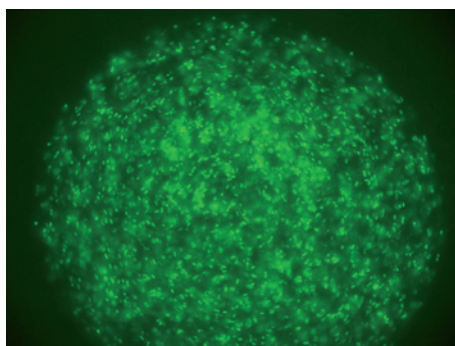


Fig. 2: Fluorescence microscopy image of a gellan/xanthan microcapsule with living bacteria inside (picture by TTZ Bremerhaven).

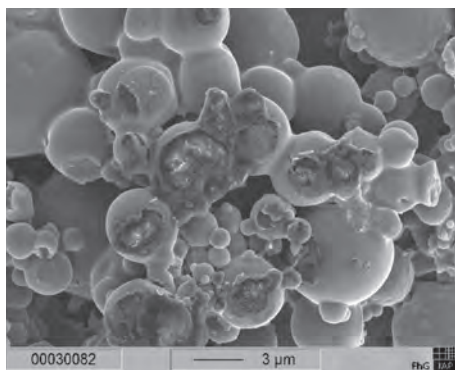


Fig. 3: SEM image of shellac microcapsules broken to estimate the viability of the microencapsulated bacteria.

Bakterien leisten einen wichtigen Beitrag bei der Gesunderhaltung des Magen-Darm-Trakts. Zur Erzielung eines gesundheitlichen Effekts müssen Lebensmittel probiotische Bakterien mit hoher Lebensfähigkeit enthalten (10^9 KBE/g). Oft reagieren Bakterien jedoch sehr sensibel auf mechanische oder physiologische Belastungen. Zum Schutz der probiotischen Bakterien können diese vor ihrer Verwendung eingekapselt werden. Zu diesem Zweck entwickelten die Partner des EU-Forschungsprojekts FLOCAP (Novel flow

focusing technology to produce microencapsulated bacteria for the food sector) eine neue Kapseltechnologie, die auf der Flow Focusing-Technologie (FFT, Fig. 1) basiert: Eine Suspension aus Lösungen von im Lebensmittelbereich zugelassenen natürlichen Polymeren und Bakterien wird durch FFT-Düsen, die problemlos in konventionelle Sprühvorrichtungen eingebaut werden können, versprüht. Dabei werden die Bakterien von einer Polymerhülle umschlossen. Diese wird durch Sprühen der Polymertröpfchen in ein Härtingsbad (ionotrope Gelierung) und/oder mittels Sprühtrocknungsverfahren gehärtet. Als Bakterienstamm wurde *Lactobacillus plantarum* (gefriergetrocknet oder frisch hergestellt) eingesetzt. Erfolgreiche Polymerformulierungen waren Gellan/Xanthan sowie Alginate/CMC, gehärtet in einer CaCl_2 -Lösung (Fig. 2), und durch Sprühtrocknung hergestellte Schellack-Mikrokapseln (Fig. 3).

Die Mikrocapseln weisen eine enge Partikelgrößenverteilung (Hydrokolloid-Kapseln 30-50 µm, Schellack-Kapseln 8-15 µm) auf. Für die mikroverkapselten Bakterien wurde eine hohe Lebensfähigkeit bestimmt. Die Kapseleffektivität betrug 90 Prozent. Die Stabilität der Mikrocapseln und die Lebensfähigkeit der enthaltenen Bakterien wurde in synthetischem Magen- bzw. Darmsaft

getestet (pH 2 bzw. 7,5). Beide Hydrokolloid-Spezies quollen im Magensaft, waren jedoch weiterhin intakt. Im Magensaft wurden keine Bakterien außerhalb der Mikrocapseln gefunden. Im Darmsaft lösten sich die Mikrocapseln vollständig auf. Schellack-Mikrokapseln waren im Magensaft stabil, das Auflösen im Darmsaft erfolgte jedoch nicht vollständig. Bei allen Kapseltypen konnte im Darmsaft eine hohe Bakterienpopulation isoliert werden, die Lebensfähigkeit lag bei 10^6 KBE/g.

Angefärbte Alginate/CMC-Mikrokapselplacebos wurden in verschiedene Fruchtsäfte, Quark und Cheddar-Käse, Schellack-Mikrokapseln in Smint-Pastillen eingearbeitet. Die Mikrocapseln waren während der verschiedenen Verarbeitungsstufen stabil, auch in den Lebensmitteln konnte die Stabilität für mindestens 2 Monate nachgewiesen werden. Mit ungefärbten Kapselplacebos wurden standardisierte Sinnesprüfungen mit Probanden durchgeführt. Mit einer Sicherheit von 95 Prozent konnte nachgewiesen werden, dass es keine signifikanten Unterschiede zwischen den Lebensmitteln mit bzw. ohne Mikrocapseln gibt. Die in die Smint-Pastillen eingearbeiteten mikroverkapselten Bakterien wiesen nach einer simulierten Magen-Darm-Passage noch eine Lebensfähigkeit von 10^5 KBE/g auf. Weitere Forschungsaktivitäten sind erforderlich, um die entwickelte Technologie für einen praktischen Einsatz in der Lebensmittelindustrie vorzubereiten.

Microencapsulated probiotic bacteria for the food sector (FLOCAP)

Bacteria play an important role in keeping the gastrointestinal tract healthy. Probiotics incorporated in food must be available in sufficient number with high viability when reaching the human intestine to guarantee a beneficial effect (10^9 cfu/g). However, these microorganisms are often sensitive to mechanical and physiological stresses. To protect probiotic bacteria, they can be encapsulated before use. For this purpose, the FLOCAP partners developed a novel microencapsulation process based on the new Flow Focusing Technology (FFT, Fig. 1). A suspension of food-approved natural polymers and bacteria is sprayed through FFT single or concentric nozzles that can be fitted on conventional spraying devices. As a result the bacteria are surrounded by a polymer shell. Droplet stabilization is carried out by spraying the polymer/bacteria mixtures into a reaction bath (ionotropic gelation) and/or by a spray drying process. *Lactobacillus plantarum* (freeze-dried or freshly prepared) is the selected bacteria strain. Successful polymer formulations are gellan/xanthan and alginate/CMC, hardened in a reaction bath of calcium chloride (Fig. 2), and shellac microcapsules prepared by spray drying (Fig. 3).

The bacteria containing microcapsules have a narrow size distribution (hydrocolloid microcapsules: 30-50 μm , spray-dried microcapsules: 8-15 μm), high bacteria viability and an encapsulation efficiency of about 90 percent. The stability of the microcapsules and viability of the bacteria contained in them were tested in artificial gastric juice (pH 2) and intestinal fluid (pH 7.5), because microencapsulated bacteria should survive passage through the stomach and be released under intestinal conditions. Both gellan/xanthan and alginate/CMC microcapsules swelled in the artificial gastric juice but without releasing

bacteria. In the artificial intestinal fluid, these microcapsules disintegrated completely. The shellac microcapsules were stable in the artificial gastric juice and partially disintegrated in the artificial intestinal fluid. With all types of microcapsules, a high bacterial population was isolated in the artificial intestinal fluid, with a viability of 10^6 cfu/g.

Placebos and bacteria-containing microcapsules were incorporated in food products. Colored alginate/CMC microcapsules were processed in apple juice, quark and cheddar cheese to observe their stability and distribution in the food products. The microcapsules withstood the processing temperatures and were stable in the food products for at least 2 months. No difference in texture could be observed. Triangular sensory tests with panelists were performed with non-colored microcapsules in the food products. It was confirmed that there was no significant difference between the standard products and the products containing microcapsules. Bacteria-containing shellac microcapsules were incorporated in Smint pastilles. The microcapsules remained intact during processing and were stable in the pastilles for at least 2 months. After gastrointestinal simulation, the microencapsulated bacteria incorporated in the Smint pastilles had an estimated viability of 10^5 cfu/g. Further research needs to be carried out to prepare the developed technology for practical application in the food industry.

Kontakt Contact



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

Kooperation Cooperation

Ingeniatrics Tecnologias, Spain
MICAP GmbH & Co.KG, Germany
Probi AB, Sweden
TTZ Bremerhaven, Germany
Universidad de Seville, Spain
CONFIPACK SA, Spain
Meierei Genossenschaft e.G., Germany
New Market Cooperative
Creameries Ltd., Ireland
Sunnyland Belgium

Förderung Funding

FLOCAP-European Commission Project
FP6-2002-SME-1
Project N°: COOP-CT-2004-513144

Nanokomposite

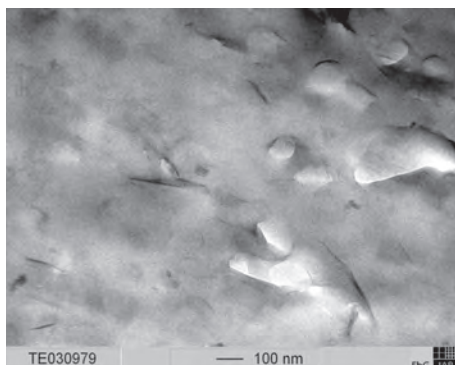


Fig. 1: Separated platelets of layered silicates in a PBT- polymer matrix.

y-axis left = modulus [MPa]
 y-axis right = impact strength [kJ/m²]

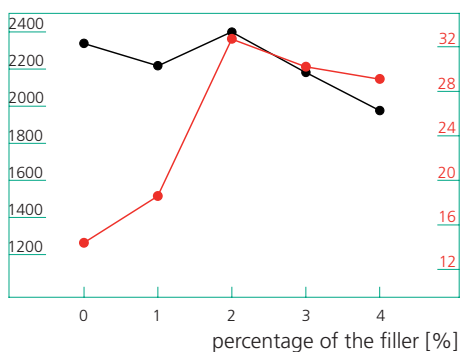


Fig. 2: Modulus and impact strength versus filler concentration in the PA6/Aerosil system.

filler	σ_{\max} [MPa]	ϵ [%]	E [MPa]
-----	52.2	3.4	2130
Nanofil 2*	61.2	4.4	2650
Nanofil SE 3010*	56.4	3.9	2270

* SüdChemie

Fig. 3: Results of mechanical property studies on PBT and selected nanocomposites (filler content = 3 percent).

Der Forschungsschwerpunkt »Materialdesign« des Fraunhofer IAP wird durch die Entwicklung und Charakterisierung von Nanokompositen ergänzt. Das Wirkprinzip nanoskaliger Füllstoffe basiert auf dem sehr großen Oberfläche/Volumen-Verhältnis. Daraus resultiert eine intensivere Wechselwirkung mit der Polymermatrix, so dass bereits kleine Füllstoffmengen größere Eigenschaftsänderungen bewirken. Ein wesentlicher Vorteil ist dabei auch die Gewichtsreduzierung der Komposite. Angestrebt werden zusätzlich Verbesserungen in der Mechanik, dem Korrosionsschutz und der Kratzfestigkeit, den Lotus- und Antibeschlag-effekten oder der Textil- und Papier-imprägnierung.

Bei den nanoskaligen Füllstoffen kann es sich um sphärische Partikel handeln, die aufgrund der vorgegebenen Struktur beispielsweise Einfluss auf den Modul sowie die Wärmeformbeständigkeit der Composite nehmen. In Ergänzung dazu können Füllstoffe wie modifizierte Schichtsilikate, Doppelschichthydroxide oder Nanotubes nach erfolgreichem Exfolieren der Platelets (Fig. 1) oder Dispergieren der Fasern zusätzlich eine Verbesserung der Zugfestigkeit bewirken.

Im Fraunhofer IAP werden hauptsächlich in-situ- und Schmelzeinterkalation genutzt, um Nanokomposite auf der Basis von Gusspolyamid 6 sowie aromatischen Polyestern (PET, PTT und PBT) herzustellen.

In-situ-Verfahren wie die Herstellung von Gusspolyamid 6 bieten den Vorteil, dass dabei die geringe Viskosität der Monomerschmelze zu Beginn der Reaktion für das Dispergieren nanoskaliger Partikel genutzt werden kann. Neben der Struktur der Füllstoffe ist deren Konzentration von wesentlicher Bedeutung. Geeignete Materialkombinationen erlauben beispielsweise Verbesserungen in der Zähigkeit bei

vergleichsweise hoher Steifigkeit (Fig.2). Unter RIM-technologischen Aspekten spielt die Schmelzeviskosität auch bei der Herstellung faserverstärkter Komposite eine wichtige Rolle, wenn die Sedimentationsgeschwindigkeit der Fasern zu groß ist. Durch geringe Mengen nanoskaliger Füllstoffe lässt sich dem begegnen, so dass die Fasern letztendlich im Formkörper homogener verteilt sind. Nanokomposite aromatischer Polyester werden auf der Basis organisch modifizierter, schichtstrukturierter Füllstoffe im Fraunhofer IAP durch den Einsatz von Doppelschneckenextrudern hergestellt und in ihren Eigenschaften optimiert. Mit kommerziell erhältlichen Füllstoffen konnten neben dem Modul auch deutliche Verbesserungen in der Zugfestigkeit festgestellt werden (Tab. 1). Neben Voruntersuchungen zur Auswahl thermostabiler Füllstoffe stellen wir unseren Kooperationspartnern ein fundiertes Know-how über geeignete Reaktions- und Prozessparameter wie das Temperaturregime, die Variation der Initiatorkonzentrationen, die Füllstoffvorbereitung, das Schnecken-design oder das Dispergieren der Füllstoffe zur Verfügung.

Die Charakterisierung von Nanokompositen wird durch folgende Methoden sichergestellt:

- Viskosimetrie
- Bestimmung des Füllstoffgehalts
- Thermische Analysen (DSC, TGA)
- Rheologie
- Mechanik (Zug- und Biegefestigkeit, Modul, Dehnungsänderung, DMA-HDT)
- Charakterisierung des Abbrennverhaltens
- Morphologie (SEM)
- Füllstoff in der Matrix (TEM)
- Kristallinitätsgrad, Charakterisierung der Kristallite (Röntgen-Weitwinkelbeugung)

Nanocomposites

Research into materials design at the Fraunhofer IAP is being enhanced by the development and characterization of nanocomposites. The mode of action of nanofillers is based on their very large surface/volume ratio. This results in more intensive interaction between the reactive particle surface and the polymer matrix, so that only small amounts of filler produce quite considerable changes in properties. Another advantage is weight reduction compared to conventional fillers. Further objectives in using nanofillers relate to improvements in mechanical properties, corrosion prevention, scratch resistance, lotus and anti-fogging effects as well as textile and paper impregnation. Nanofillers may, for example, be spherical particles with a particular structure that enables them to improve the modulus and thermal stability of composites. Nanofillers with a high aspect ratio, such as organically modified layered silicates, double-layered hydroxides or nanotubes, promise additional improvement in the tensile strength of composites when properly exfoliated and dispersed in the polymer matrix (Fig. 1). At the Fraunhofer IAP, in-situ and melt intercalation are the main methods used to prepare nanocomposites based on cast polyamide 6 and aromatic polyesters, such as PET, PTT and PBT. The advantage of in-situ methods, such as the polymerization of cast polyamide 6, is that the low viscosity of the monomer melt at the beginning of the reaction can be utilized for dispersing the nanoparticles. In addition to filler structure, filler concentration is also very important. Suitable combinations of materials, for example, permit considerable improvements in composite toughness to be achieved, while retaining a high level of stiffness (Fig. 2). In using RIM technology to produce

fiber-reinforced PA6, the viscosity of the melt also plays an important role in controlling the fiber settling rate. By adding small amounts of nanoscale fillers, the melt viscosity can be adjusted to prevent the formation of concentration gradients in the resulting polymer matrix.

Nanocomposites based on aromatic polyesters and organically modified layered silicates are produced by melt intercalation using twin-screw extruders and their properties optimized. Besides an increased modulus, significant improvements in tensile strength are also obtained with commercially available nanofillers (Tab. 1). Besides screening possible fillers (e.g. for heat resistance), we can offer our cooperation partners detailed knowledge of the most important reaction and processing parameters such as temperature settings, initiator concentration, filler preparation, screw design and filler dispersion.

Characterization of the nanocomposites is performed using the following methods:

- viscometry
- filler content determination
- thermal analysis (DSC, TGA)
- rheology
- mechanical properties (tensile and flexural strength, modulus, elongation, DMA-HDT)
- characterization of burning behavior
- morphology (SEM)
- filler in the matrix (TEM)
- degree of crystallinity, crystallite characterization (wide-angle X-ray-diffraction)

Kontakt Contact



Dr. Gunnar Engelmann
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-12 10
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-26 11
gunnar.engelmann@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

Kooperation Cooperation
rpm-factories GmbH, Helmstedt

Förderung Funding
Bundesministerium für Bildung und Forschung

Vorträge Lectures
G. Engelmann, G. Rafler: »Polyester and polyamide nanocomposites produced by ex-situ and in-situ methods« NanoEuro, St.Gallen (2006)

Weißer Biotechnologie für die Polyestersynthese

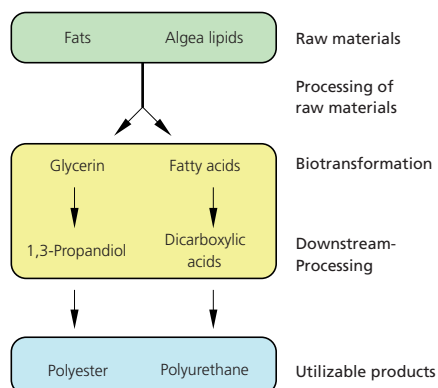


Fig. 1: Biotechnological production of 1,3-propanediol and dicarboxylic acids for the synthesis of polyesters and polyurethanes.

	T_s [°C]	T_{kr} [°C]	T_g [°C]	IV
PET	248-258	130-150	76-80	0.55-1.0
PBT	222-232	80-120	30-50	0.85-1.40
PTT	226-229	80-120	50-60	0.7-1.2

T_s = melting temperature
 T_{kr} = crystallization temperature
 T_g = glass transition temperature
 IV = intrinsic viscosity

Tab. 1: Characteristic melting properties of the polyesters PET, PBT and PTT.

	σ	E	ϵ
	[MPa]	[MPa]	[%]
Corterra™	60.5 ± 0.5	2080 ± 11	6.4 ± 0.3
PTT	62.4 ± 2.0	2190 ± 47	5.2 ± 1.7

σ = tensile strength
 ϵ = elongation at break
 E = elasticity module

Tab. 2: Comparison of the mechanical properties of Corterra™ and the PTT synthesized in the Fraunhofer IAP.

Vor dem Hintergrund steigender Rohölpreise, der Ressourcenverknappung und der immer strengeren Umweltgesetzgebung, ist insbesondere die weiße Biotechnologie in den Focus der Öffentlichkeit getreten. Darunter versteht man die industrielle Produktion von organischen Grund- und Feinchemikalien sowie Wirkstoffen mithilfe optimierter Enzyme, Zellen oder Mikroorganismen. Auf diese Weise können Industrieprozesse ökonomischer und ökologischer gestaltet werden.

Innerhalb der Fraunhofer-Gesellschaft haben sich acht Institute zu dem Verbund »Weiße Biotechnologie« zusammengeschlossen. Dazu zählt auch das Fraunhofer IAP, das insbesondere Kompetenzen im Bereich der Polyester-synthese von Polyethylenterephthalat (PET) und Polybutylenterephthalat (PBT) hat und diese Erfahrungen auf die Synthese von Polytrimethylenterephthalat (PTT) überträgt.

PBT wird als technischer Kunststoff in der Automobilbranche eingesetzt, während PET als Flaschenmaterial und in der Textilindustrie verwendet wird. Bei Preisen von unter 1 €/kg ist PET konkurrenzlos günstig. Im Gegensatz dazu hat PBT zwar einen hohen Preis (> 2 €/kg), ist dafür aber viel hydrolysestabiler. Der Nachteil ist, dass bei der schwierigen Synthese von PBT viel Tetrahydrofuran anfällt, weshalb der Herstellungsprozess explosionsgeschützt durchgeführt werden muss. PTT weist eine zu PBT vergleichbare Säurestabilität auf. Der Preis des PTT liegt allerdings im Bereich von dem des PBT. Die Schmelzeigenschaften des PTT liegen zwischen denen des PET und PBT (Tab. 1). Zur Herstellung von PTT wird 1,3-Propanediol benötigt, das zurzeit aus Acrolein synthetisiert wird.

1,3-Propanediol ist die teuerste Komponente bei der PTT-Herstellung. Innerhalb des Fraunhofer-Verbunds »Weiße Biotechnologie« soll daher ein Verfahren entwickelt werden, das die preiswertere Herstellung von 1,3-Propanediol auf Grundlage biotechnologischer Prozesse ermöglicht (Fig. 1). Zu diesem Zweck soll Glycerin, das als Abfallprodukt bei der Biodieselherstellung in großen Mengen anfällt, biochemisch in 1,3-Propanediol umgesetzt werden.

Die Polymerisation von PTT fand im Autoklaven im Batchverfahren in zwei Schritten statt: In der Veresterungsphase (zwischen 0,5 und 4 bar / 270 °C) wird das biochemisch hergestellte 1,3-Propanediol an die Terephthalsäure angelagert. In der Polykondensationsphase (0,1 bis 1 mbar) wird der Überschuss an 1,3-Propanediol entfernt. Die Molmassen der Produkte wurden über Viskosimetrie, die Verfärbungen mittels eines spektralen Farbmessgeräts (LUCI 100) charakterisiert.

Der Vergleich der mechanischen Eigenschaften mit im Handel befindlichen Produkten wie Corterra™ zeigt, dass die Qualität des synthetisierten PTT die von Corterra™ erreicht (Tab. 2). Im Gegensatz zu PET und PBT kristallisiert PTT besser. Dies erleichtert die anschließende Festphasenkondensation (SSP) erheblich. Die SSP wurde bei speziell abgestimmten Temperaturen im Stickstoffstrom bis zu intrinsischen Viskositäten von $\eta = 1,6$ durchgeführt.

Im folgenden Schritt soll – nach Bereitstellung des biotechnologisch hergestellten 1,3-Propanediol durch die Kooperationspartner – die Machbarkeit der Umsetzung zum Polyester und dessen Güte untersucht werden.

White biotechnology for polyester synthesis

Against a background of rising crude oil prices, scarcer resources and stricter environmental legislation, white biotechnology is growing in importance. White biotechnology refers to the industrial production of basic and fine organic chemicals and active ingredients with the aid of optimized enzymes, cells or microorganisms. In this way, industrial processes can be made more economical and ecological. Within the Fraunhofer-Gesellschaft, eight institutes have grouped together to form the »White Biotechnology« alliance. The Fraunhofer IAP is one of these institutes. It offers special competence in the synthesis of polyethylene terephthalate (PET) and polybutylene terephthalate (PBT), and has now applied this expertise to the synthesis of polytrimethylene terephthalate (PTT). PBT is used as an engineering plastic in the automotive industry, while PET finds application as a bottle material and in the textile industry. At a price of less than 1 €/kg, PET is an unbeatably low-cost material. By contrast, PBT has a relatively high price (> 2 €/kg) but is much more stable to hydrolysis. Unfortunately, during the complicated synthesis of PBT a considerable quantity of tetrahydrofuran is produced, which means that the production process has to be explosion-proof. PTT has similar acid stability to PBT and is also comparable in price. The melting properties of PTT lie between those of PET and PBT (Tab. 1). For the production of PTT, 1,3-propanediol – currently synthesized on the basis of acrolein – is needed. 1,3-propanediol is the most expensive component in PTT production. To address this problem, the Fraunhofer »White Biotechnology« alliance is developing a biotechnological process for low-cost production of

1,3-propanediol (Fig. 1). In this process, glycerin – a waste product of bio-diesel production – is converted biochemically into 1,3-propanediol.

PTT based on this biotechnologically produced 1,3-propanediol was polymerized at the Fraunhofer IAP in an autoclave using a two-step batch process. During the esterification phase (between 0.5 and 4 bar / 270 °C), the 1,3-propanediol was attached to terephthalic acid. During the polycondensation phase (0.1 to 1 mbar), the excess of 1,3-propanediol was removed. The products were characterized with respect to their molar mass (by viscometry) and discoloration (with a LUCI 100 spectral colorimeter). Comparison of the mechanical properties of the synthesized PTT with those of commercially available PTT products, such as Corterra™, shows that the quality of the synthesized PTT matches that of Corterra™ (Tab. 2). PTT has much better crystallization properties than PET and PBT. This greatly facilitates subsequent solid-state polycondensation (SSP). The SSP was performed at specially optimized temperatures in a nitrogen stream up to intrinsic viscosities of $\eta = 1.6$.

The next step – after the biotechnologically produced 1,3-propanediol has been supplied by our cooperation partners – will be to study the feasibility of converting it to polyester on a commercial scale and to test the quality of the polyester so obtained.

Kontakt Contact



Dr. Frank Börner

Telefon : +49(0)331/568-1221

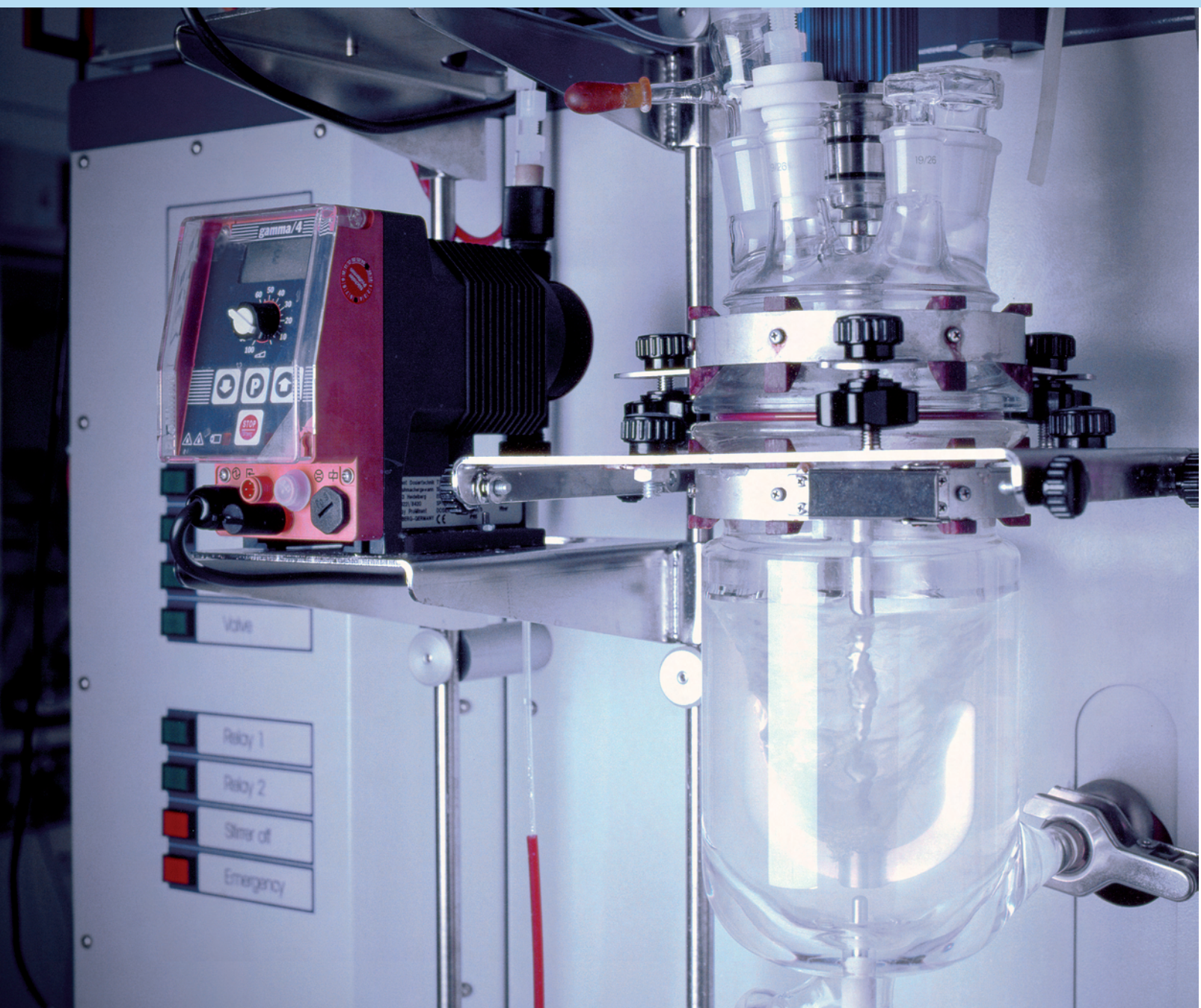
Fax : +49(0)331/568-2610

frank.boerner@iap.fraunhofer.de



pioneers in polymers

pioneers in polymers



Wasserbasierende Polymersysteme

Water-born polymer systems

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Innovation durch wasserbasierende Polymersysteme
Innovation through water-born polymer systems

Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

Intelligente Verkapselung mit modifizierten Stärken
Smart coatings with modified starches

Variabel beladbare Polymer-Nanopartikel für die bildgebende Diagnostik
»Multimodal imaging« with variously loaded, polymeric nanoparticles

Anti-Graffiti-Beschichtungen für den Denkmalschutz
Anti-graffiti coatings for protecting cultural heritage

Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science«
»Nanotechnology for life science« research group

Innovation durch wasserbasierende Polymersysteme

Wasser ist in vieler Hinsicht das ideale Lösungs- und Dispergiermittel für Polymere, weil es viele positive Eigenschaften miteinander vereinigt: es ist ungiftig und unbrennbar, lässt sich problemlos entsorgen und recyceln, ist billig und überall vorhanden. Daher besitzen wasserbasierende Systeme bei der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von Polymeren sowohl eine Reihe toxikologischer und ökologischer als auch wirtschaftlicher Vorteile. Sie kommen auch den steigenden Anforderungen an die Nachhaltigkeit und Umweltverträglichkeit jeglicher Produkte entgegen. Dies macht nicht nur die Entwicklung neuer wasserbasierender Systeme attraktiv, sondern auch die Umstellung von traditionell mit organischen Lösungsmitteln hergestellten bzw. verarbeiteten Produkten auf wasserbasierende Alternativen. Nach wie vor besteht ein großes Innovationspotenzial in den klassischen Einsatzgebieten wasserlöslicher bzw. verträglicher Polymersysteme. Zu nennen sind hier beispielsweise Abwassertechnologie, Baustoffe, Papierherstellung, Lebensmittelverarbeitung, Hygieneartikel oder kosmetische und pharmazeutische Produkte. Doch auch in den neuen Hochtechnologiefeldern wie der Mikroelektronik, Photonik, Medizintechnik, Bio- und Nanotechnologie eröffnen wasserbasierende Polymersysteme neue Lösungen für viele Probleme.

Expertise und Aktivitäten des Forschungsbereichs überdecken das gesamte Feld der wasserbasierenden Polymersysteme. Die Forschungs- und Entwicklungsarbeiten erstrecken sich von Monomer- und Polymersynthese über Synthesemethodik, Verfahrensentwicklung, Analytik und Charakterisierung in wässrigen Systemen bis zu diversen Anwendungen auch außerhalb von Wasser. Brennpunkte der

Aktivitäten sind Stoffentwicklung, molekular gelöste und kolloidale Systeme sowie Hydrogele und Grenz- bzw. Oberflächen.

Wasserlösliche Polymere und Hydrogele

Die Bedeutung der wasserlöslichen Polymere wird oft unterschätzt, weil sie meistens im Hintergrund wirken und somit nicht direkt sichtbar sind. Tatsächlich werden weltweit jährlich über 1 000 000 Tonnen wasserlöslicher Polymere hergestellt, die vielfältig in Prozessen oder Produkten Verwendung finden. Oft spielen sie dabei die Rolle von Schlüsselsubstanzen und oft genügen dafür bereits kleine Mengen. Charakteristisch für derartige Polymere ist die große Zahl stark polarer oder geladener Gruppen, die eingebaut werden, um eine gute Verträglichkeit mit Wasser zu erreichen. Werden sie vernetzt oder an Oberflächen angebunden, quellen solche gut wasserträglichen Polymere in Wasser stark auf und bilden Hydrogele, Superabsorber oder Ionenaustauscher.

Die Entwicklung neuer Stoffe und Produkte im Forschungsbereich umfassen sowohl geladene Polymere, die sogenannten Polyelektrolyte, als auch ungeladene. Dazu kommen Polyampholyte und Polyzwitterionen als Spezialprodukte, die gleichzeitig positiv geladene und negativ geladene Gruppen tragen. Alle diese Stoffklassen lassen sich je nach Anforderungsprofil von synthetischen – wie Polyacrylaten – oder natürlichen Polymeren – wie Polysacchariden – ableiten.

Unsere langjährige Erfahrung in der Herstellung, Charakterisierung und

Anwendung, gekoppelt mit einer intensiven Erforschung der Grundlagen, haben uns speziell im Feld der Polykationen wie auch der Polyampholyte zu einer internationalen Führungsrolle verholfen. Die Anwendungsgebiete der kationischen Polymere zeigen anschaulich das Nebeneinander des Einsatzes von wasserlöslichen Polymeren in traditionellen Feldern wie auch in hochgradig innovativen Entwicklungen. Traditionelle Anwendungen umfassen ein breites Spektrum, das von Abwasserreinigung, Flockungsmitteln, Papierherstellung und Textilveredlung bis zu Haarfestigern und Weichspülern in Waschmitteln reicht. Neue Entwicklungen zielen auf Bereiche wie bakterizide Oberflächen, kontrollierter Transport bzw. Freigabe von Arzneistoffen bis hin zur Gentherapie.

Syntheseentwicklung

Wasser ist ein chemisch relativ aggressives Lösungsmittel. Wie beispielsweise vom Rosten bekannt, reagiert es mit vielen organischen wie anorganischen Verbindungen. Darum erfordern Polymersynthesen in Wasser und verwandten Lösemitteln besonderes Know-how, wie wir es in langjähriger Arbeit aufgebaut haben und weiter entwickeln. Ein besonderer Schwerpunkt unserer Entwicklungsarbeiten ist die radikalische Polymerisation, da diese gegenüber wässrigen Systemen besonders tolerant ist. Hier beschäftigen wir uns sowohl mit der Stoff- als auch der methodischen und der verfahrenstechnischen Seite und decken auch nicht-wässrige Anwendungen ab.

Auf der Stoffseite bearbeiten wir sowohl die Synthese neuer Monomere als auch die von Initiatoren, Kettenreglern

und -abbrechern. Dazu kommen Polymer-Additive, wie z. B. neue Weichmacher oder UV-Stabilisatoren. Als neuen methodischen Ansatz haben wir uns in den letzten Jahren besonders den Methoden der sogenannten »kontrollierten« radikalischen Polymerisation gewidmet, die wir u. a. unter anwendungstechnischen Gesichtspunkten für wässrige Systeme weiterentwickelt haben. Diese Methoden eröffnen den Zugang zu Polymeren mit besser definierten molekularen Parametern sowie zu Polymeren mit spezieller makromolekularer Architektur. So lassen sich relativ einfach funktionale Block-Copolymere herstellen, die vielfältige Möglichkeiten für die Entwicklung neuer Tenside, Emulgatoren und Verträglichkeitsmacher bieten, bzw. neue Strategien für die Entwicklung nanostrukturierter Materialien eröffnen.

Auf der Verfahrensseite beschäftigen wir uns in besonderer Weise mit den Techniken der Dispersionspolymerisation, wie normale oder inverse Emulsions-, Mikroemulsions-, Suspensions- oder Fällungspolymerisation. Durch die geschickte Wahl des Verfahrens lassen sich sowohl die Herstellung und die Eigenschaften etablierter Produkte optimieren, als auch ganz neue Eigenschaftsprofile erreichen.

Polymerdispersionen

Wasserunlösliche Polymere lassen sich kolloidal, also in Form winzig kleiner, kompakter Teilchen, in Wasser herstellen und verarbeiten. Solche Polymerdispersionen zeichnen sich durch exzellentes Fließverhalten und große Oberflächen aus. Dadurch zeigen selbst altbekannte Polymere als Dispersion zum Teil ungewohnte Eigenschaften

und eröffnen neue Anwendungen. In diesem Feld schließen sich unsere Aktivitäten nahtlos an das Arbeitsgebiet der Dispersionspolymerisation an und ergänzen sich mit diesem wechselseitig. Entsprechend verfügen wir in dem Feld über große Erfahrung und eine ausgefeilte Analytik.

Mittels Dispersionspolymerisation gelingt es auch, Nanopartikel mit besonderer Struktur herzustellen, wie z. B. Kern-Schale Teilchen mit funktionaler Oberfläche, wie sie für medizinische Diagnostika benötigt werden. Ein anderes Beispiel sind organisch-anorganische Hybridteilchen, wie z. B. umhüllte eisenoxydhaltige Nanopartikel für magnetische Latices. Die Dispersionspolymerisation führt bei geschickter Prozessführung zu einheitlich großen Polymerpartikeln, die sich in Analogie zu Atomen – jedoch im Nano- bis Mikrometerbereich – dicht zu Kristallen packen können. Derartige »kolloidale Kristalle« finden ein großes Interesse aufgrund ihrer optischen Effekte, z. B. in dem Kontext, elektronische Datenspeicherung, -transport und -verarbeitung durch optische Verfahren zu ersetzen.

»Intelligente« Materialien

Während die Eigenschaften der meisten synthetischen Materialien permanent festgelegt sind, vermögen sich viele biologische Systeme an ändernde Umweltbedingungen anzupassen. In Analogie zu einem solchen Verhalten wird seit einigen Jahren versucht, Materialien zu entwickeln, deren Eigenschaften sich durch äußere Reize »schalten« lassen. Man spricht dann oft von »intelligenten« Materialien. Als Schalter kommen viele physikalische

oder chemische Reize in Frage, von Temperatur über Licht und pH-Wert bis zu komplexen chemischen Reaktionen. Wasserlösliche Polymere bieten in diesem Gebiet besondere Möglichkeiten, nicht zuletzt weil sie sich manchmal gegen die Intuition verhalten. So lösen sich viele ungeladene Polymere zwar bei niedriger Temperatur in Wasser, fallen aber bei erhöhter Temperatur wieder aus. Eine solche Mischungslücke lässt sich gezielt zum Schalten nutzen: eine Temperaturveränderung von nur 1 bis 2 °C verändert das Eigenschaftsprofil eines Polymers grundlegend. Wir untersuchen derzeit Einsatzmöglichkeiten solcher reversibel schaltbarer Polymere z. B. in Hydrogelen, an Oberflächen oder in Emulgatoren.

Innovation through water-born polymer systems

Water is the perfect solvent and dispersing agent for polymers in many respects, because it combines a unique set of advantageous properties. It is non-toxic, non-flammable, easy to dispose of and recycle, inexpensive and widely available. Water-based systems therefore offer a number of toxicological, ecological and cost benefits for the production, processing and application of polymers. Such a profile fits well with ever increasing sustainability and environmental protection requirements. This not only makes it attractive to continue developing new water-based systems but also to convert products that have traditionally been produced with organic solvents to water-based alternatives. There is still huge potential for innovation in the conventional areas of application for water-soluble and water-compatible polymer systems. These include, for example, wastewater treatment, construction materials, papermaking, food processing, personal care, cosmetics and pharmaceuticals. At the same time, water-based polymers can also offer new solutions for many problems in high-technology fields such as microelectronics, photonics, or medical, bio- and nanotechnology.

The expertise and activities of the research department cover the entire field of water-based polymers. Research and development activities include monomer and polymer synthesis, synthesis methodology, and analysis and characterization in aqueous systems. Our activities also extend to various non-aqueous applications. The main focal points of our work are the development of new materials, molecularly dissolved and colloidal systems and hydrogels, surfaces and interfaces.

Water-soluble polymers and hydrogels

The importance of water-soluble polymers is often underestimated, as they are usually work in the background and are not directly visible. In fact, more than 1,000,000 tonnes of water-soluble polymers are produced worldwide every year. They are used for a wide diversity of processes and products, in which they are frequently key substances. In many cases, small quantities are sufficient to achieve the desired effect. A characteristic feature of such polymers is their large number of highly polar or charged moieties, which are incorporated to give the polymers good compatibility with water. If they are crosslinked or anchored to surfaces, such polymers swell strongly in water and may serve as hydrogels, super absorbents, or ion exchangers.

The development of new materials and products in our department includes both ionic polymers – so-called polyelectrolytes – and non-ionic polymers. In addition, we synthesize speciality products, such as polyampholytes and polyzwitterions, which carry both positively charged and negatively charged groups at the same time. All these polymer classes can be based on synthetic polymers (such as polyacrylates) or natural polymers (such as polysaccharides), depending on the requirement profile.

Our long-standing experience of the synthesis, characterization and application of polycations and polyampholytes, supported by intensive basic research, has made us an internationally recognized, leading expert in these fields. The diverse applications for

polycations clearly illustrate how the use of water-soluble polymers in traditional sectors coexists with their involvement in highly innovative developments. For example, polycations are traditionally employed in wastewater treatment, flocculation processes, papermaking, and textile finishing as well as in hair care, fabric softeners and detergent formulations. New developments target uses such as self-disinfecting surfaces, controlled transport and delivery of drugs, and gene therapy.

New synthesis methodologies

Water is a relatively aggressive solvent. It reacts readily with many organic and inorganic substances. For this reason, polymer synthesis in aqueous and related solvents is a difficult task that requires special know-how, which we have accumulated over many years. A special focus of our development work has been free radical polymerization, as this method is particularly tolerant to the presence of water. Our activities include both materials and processes, and also cover non-aqueous applications.

In terms of materials, we not only synthesize new monomers but also new initiators, chain transfer agents, and terminating agents. We also develop polymer additives, such as new plasticizers or UV-stabilizers. Another line of research is the chemical modification of precursor polymers. A new methodological approach on which we have concentrated in recent years is »controlled« free radical polymerization. We have adapted this for applications based on aqueous systems. These

methods give access to polymers with more defined molecular parameters and polymers with special macromolecular architecture. For example, it is relatively easy to produce functional block copolymers that are promising candidates for new surfactants, emulsifiers, or compatibilizers and also open up new strategies for the development of nano-structured materials.

With regard to polymerization processes, we are specialists in dispersion polymerization, such as normal or inverse emulsion, microemulsion, suspension and precipitation polymerization. By selecting the appropriate process, it is possible not only to optimize the production and properties of established products but also to achieve completely new property profiles.

Polymer dispersions

Water-insoluble polymers can be synthesized and processed in colloidal form, i.e. in the form of extremely small particles. Such polymer dispersions are characterized by excellent rheological behavior and very large surfaces. Even well-known polymers can exhibit unusual properties when prepared as dispersions and so may open the way to new applications. Our activities in this area are closely related to our work on dispersion polymerization and the two fields complement each other. As a result, we can offer a wealth of experience and sophisticated analytics.

Dispersion polymerization makes it possible to prepare nanoparticles with special internal structures, such as

core-shell particles with a functional surface, which are required for medical diagnostics. Another example is that of organic-inorganic hybrid particles, such as coated nanoparticles of iron oxide, which are needed for magnetic latexes. Expertly conducted dispersion polymerization allows nanoparticles of a uniform size to be produced, which, like atoms but at the nano to micron level, can aggregate into densely packed crystals. Such »colloidal crystals« are attracting considerable interest because of their optical effects, e.g. in the context of replacing electronic data storage, transport and processing by equivalent optical processes.

»Smart« materials

The properties of most synthetic materials are permanently fixed but many biological systems can adapt actively or passively to a changing environment. In recent years, attempts have been made to mimic such behaviour by developing materials that can switch their properties in response to an external stimulus. To describe these developments, the term »smart« materials has been coined. Many different chemical and physical stimuli may serve as potential switches, including temperature, light, pH or complex chemical reactions. Water-soluble polymers offer special opportunities in this respect, not least because they sometimes behave counter-intuitively. Many non-ionic polymers, for example, dissolve at low temperature in water but reprecipitate when the solution is heated. Such a miscibility gap can be exploited as a switch: a temperature increase of only 1-2 °C may be sufficient to modify the

property profile of a polymer. We are currently exploring the practicability of using such reversibly switchable polymers in hydrogels, on surfaces, or in emulsifiers.

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 Blockcopolymere
- polymere Tenside
- Polyelektrolyte mit alternierenden Ladungen (Pfcopolymerisation, 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)
- organic nanoparticles for life sciences

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

Wasserbasierende Funktionspolymere und Kolloide

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

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

Intelligente Verkapselung mit modifizierten Stärken

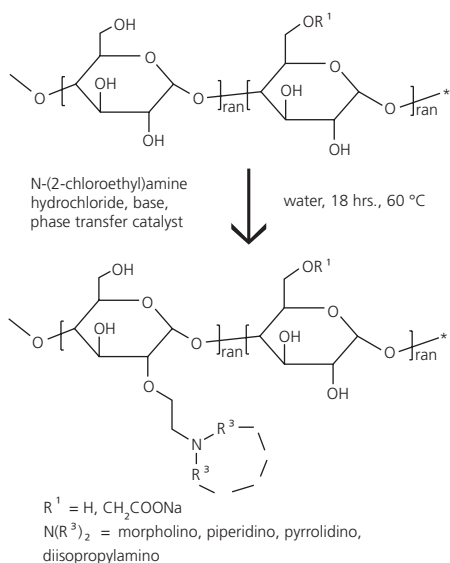


Fig. 1: Synthesis of starches with tertiary amine function.

Materialien aus nachwachsenden Ressourcen, deren physikochemische Eigenschaften sich über externe Stimuli »schalten« lassen, sind für verschiedene Anwendungsbereiche von stark zunehmendem Interesse. Dazu zählen z. B. der Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln oder Anwendungen als Schutzbeschichtung von Oberflächen. In wässrigen Systemen sind naturgemäß pH- oder/und Temperaturänderungen geeignete Schalter, um sprunghafte Änderungen des Lösungszustandes von Polymeren zu induzieren. Unser Ziel war es, ein Material aus geeignet modifizierten Stärken zu finden, welches einen pH-abhängigen »Löslichkeitssprung« in wässriger Umgebung aufweist.

Die Idee bestand darin, Stärken verschiedener Abbaugrade und Co-Substituenten mit tertiären Aminogruppen so auszurüsten, dass mit der Einführung einer hydrophilen (protonierbaren) Funktion gleichzeitig eine pH-Wert-induziertes Schaltverhalten auslösende Hydrophobierung des Materials erfolgt. Diese Eigenschaft ist z. B. für gezielt auflösbare Verkapselungen von Klarspülkomponenten in Geschirrspülmaschinen gefragt. Die Funktionsprüfung sollte an Tensid-Formkörpern erfolgen, die mit dem pH-sensiblen Material beschichtet und anschließend in Geschirrspülmaschinen eingesetzt werden. Dort sind für einen effizienten Einsatz von Klarspültensiden eine intakte Schutzhülle im Reinigungsgang und ein schnelles Auflösen im Klarspülgang erforderlich. Dabei sollten eine Einkomponenten- und eine Symplex-Beschichtung verglichen werden. Zur Untersuchung der pH-abhängigen Löslichkeit der Stärken und der beschichteten Formkörper waren die pH-Turbidimetrie und die Tensiometrie die Analysemethoden der Wahl. Mehr als 30 unterschiedliche pH-sensitive

Stärkederivate wurden für die Untersuchung bereitgestellt (Fig. 1). Dabei wurden nach effizienten Syntheseverfahren sowohl Materialien für Ein- als auch für Zweikomponenten-Beschichtungen in variablen Molmassen hergestellt. Die Reagenzausbeuten lagen zwischen 50 und 95 Prozent. Auch bei Mehrfachsubstitution konnten die Anteile der Substituenten zuverlässig mittels 1H -NMR bestimmt werden. In einem nächsten Schritt wurden die Löslichkeitseigenschaften dieser Materialien mittels pH-abhängiger Turbidimetrie (Fig. 2) untersucht: Der Einfluss von der Art der Stärkesubstituenten (pKs-Wert des entsprechenden Amins), deren DS-Wert, von der Temperatur und dem Medium auf die Lösungseigenschaften konnte so ermittelt werden. Gleiche Untersuchungen wurden auch für verschiedene Symplexe aus Polykationen und mit tertiärer Aminofunktion modifizierten Polyanionen durchgeführt, so dass die folgenden Beschichtungstests auf wenige wirksame Materialien beschränkt werden konnten. Als Beispielmateriale wurde in einem Wirbelschicht-Coater eine feste Tensidmischung beschichtet, die bereits im Klarspülgang von Geschirrspülmaschinen eingesetzt wird. Es wurden insgesamt über 40 Funktionsmuster hergestellt und von der fit GmbH tensiometrisch untersucht. Der Vergleich mit einem entsprechenden kommerziellen Muster zeigte sowohl bei verschiedenen Einkomponentenbeschichtungen als auch bei Symplexbeschichtungen (3 Doppelschichten) ähnliche oder deutlich bessere Ergebnisse (Fig. 3). Funktionstests in der Spülmaschine ergaben für 6 unserer Beschichtungen, dass mit halbem Tensideinsatz und z. T. geringerer Menge an Beschichtungsmaterial eine deutlich bessere Klarspüleistung als mit dem kommerziellen Vergleichsmaterial erreicht wird.

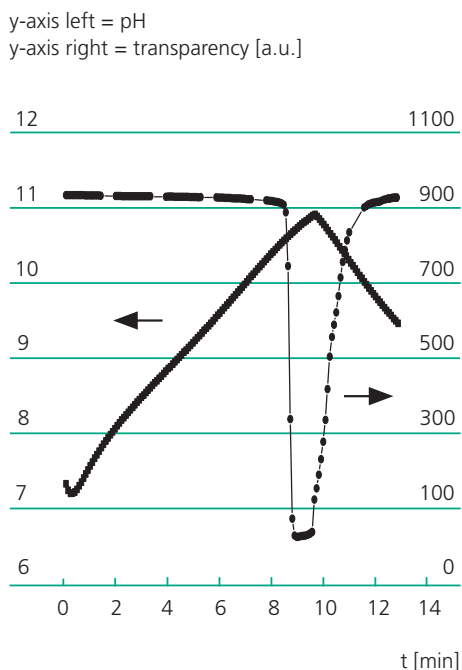


Fig. 2: Turbidity and pH as a function of time of a 2.5 percent aqueous amino starch solution.

Smart coatings with modified starches

Materials based on renewable resources with physicochemical properties that respond to external stimuli are attracting increasing interest in various fields of application. Typical examples include the detergent industry and protective coatings. Sudden changes in the solubility of polymers in aqueous systems in response to pH and/or temperature are starting to play an important role. Our aim was to develop polysaccharide-based products displaying a pH-dependent »solubility jump« in an aqueous environment.

The idea was to modify starches having different degrees of degradation and various co-substituents with tertiary amino groups in such a way that the introduction of a hydrophilic (protonizable) function would at the same time result in adequate hydrophobization of the material, allowing pH-controlled solubility. This property can be interesting for controlled dissolution of surfactant coatings in dishwasher formulations. As a suitability test, the synthesized pH-sensitive material would be used to coat waxy surfactant cores normally used as a part of dishwasher tablets. In a dishwasher, such surfactants must be protected during the wash cycle and then rapidly dissolved at neutral pH for clear rinsing. We wanted to compare »one-component« and »symplex« coatings. The effect of pH on starch solubility would be investigated by pH turbidimetry, while the stability of the coated surfactant cores would be analysed by tensiometry. About 30 different pH-sensitive starch derivatives were synthesized (Fig. 1). An efficient procedure led to materials with varying molar masses and reagent yields of between 50 and 95 percent being prepared for the production of both »one-component« and »two-component« coatings. The purity, reagent yields and DS values (= degree of substitution) of the materials were

determined by NMR spectroscopy. The dissolution characteristics of these materials were then studied by measuring turbidity as a function of pH (Fig. 2). This showed the influence of the type of amine functionality and its DS, temperature and the quality of the aqueous environment on dissolution properties. Similar investigations were carried out for various symplexes consisting of polycations and carboxymethyl starches with tertiary amine functionality. As a result, two products with the most suitable dissolution properties were chosen for coating experiments. As a first suitability test, the modified polysaccharides were used to coat a waxy surfactant commonly used in dishwasher rinse cycles. Some 40 different samples were prepared by fluidized-bed coating. The performance of the samples under simulated dishwasher pH/temperature conditions was then evaluated by fit GmbH using tensiometry. Both »one-component« and »symplex« (3 double-layers) coatings achieved similar or far better results than commercial samples (Fig. 3). Final application tests in a dishwasher demonstrated that a better clear rinse performance can be obtained with half the amount of surfactant and the same or, in some cases, less coating material than with a commercial sample.

Kontakt Contact



Dr. Jörg Bohrisch
Telefon: +49(0)331/568-1331
Fax: +49(0)331/568-3000
joerg.bohrisch@iap.fraunhofer.de

Kooperation Cooperation
fit GmbH Hirschfelde (Dr. A. Zimmermann)

Förderung Funding
Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (FKZ 22001501)

Publikationen Publications
[1] J. Bohrisch, A. Zimmermann: »Amino starches as pH-sensitive surface coating: Synthesis and application« *Starch*, im Druck

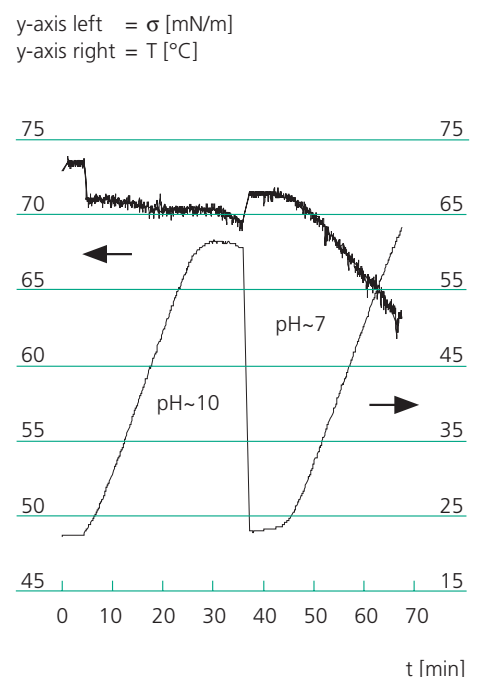


Fig.3: Surface tension as a function of temperature/pH of a surfactant core coated with amino starch.

Variabel beladbare Polymer-Nanopartikel für die bildgebende Diagnostik

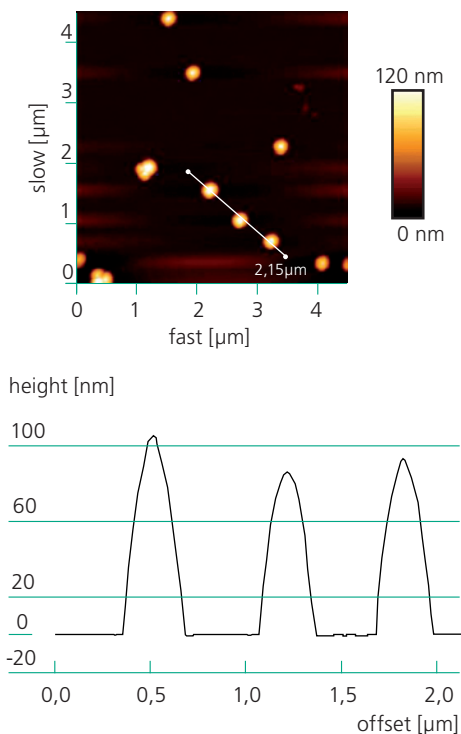


Fig. 1: Atomic force microscopy image of air-dried nanoparticles.

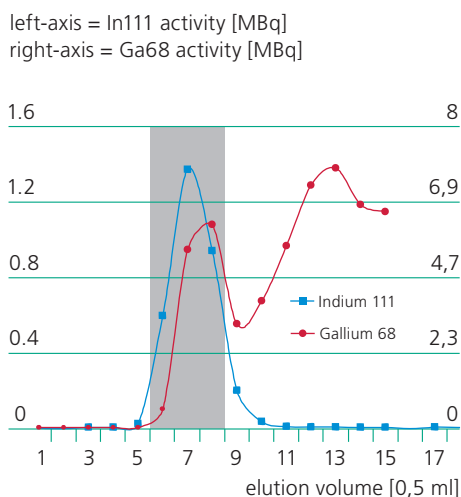


Fig. 2: Radiolabeling of nanoparticles using indium 111 and gallium 68. Elution profile of nanoparticle solutions after direct labeling with gallium 68 or indium 111.

Maßgeschneiderte, synthetische Polymerkolloide haben sich als Trägermaterialien in der biomedizinischen Forschung hervorragend bewährt [1]: Partikelgröße und -verteilung, Dichte sowie Oberflächenfunktionalisierung und -struktur lassen sich in weitem Rahmen vorgeben. Die Palette an Teilchenmorphologien reicht von glasig-glatten, homogenen Kugeln zu Kern-Schale-Strukturen, Nanokompositen oder »haarigen« Polymerkolloiden. Solche »haarigen« Polymer-Nanopartikel sind kolloidal besonders stabil, denn ihr kompakter, oft intern vernetzter Kern ist von einer Corona aus flexiblen wasserlöslichen Polymerketten umgeben. Diese sind zwar chemisch fest mit dem Kern verknüpft, ragen aber in die Wasserphase hinein und wirken als Abstandhalter. Hydrophilie und Ladungsdichte der Corona lassen sich kontrolliert einstellen, so dass über geladene, funktionelle Gruppen auf den Ketten u. a. Nanopartikel mit einer beträchtlichen Ionenaustauscher-Kapazität zugänglich sind [2].

In der bildgebenden Diagnostik sucht man beständig nach leistungsfähigeren Markierungssubstanzen und Kontrastmitteln für die visuelle Darstellung von Organsystemen. Neue Methoden, wie die Positronenemissionstomografie (PET), stellen hohe Anforderungen an die verwendeten kolloidalen Träger. Für ein europäisch gefördertes Projekt an der Charité Berlin wurden »haarige« Trägerpartikel konzipiert und realisiert. Sie erlauben die Beladung mit höher geladenen Radiotracer-Ionen in stark saurer Umgebung, sind variabel chemisch-kovalent mit Liganden zu versehen und einfach fluoreszenzmarkierbar. Erfolgreich getestet wurde die Bindung von radioaktivem Gallium

oder Indium (für PET) sowie von Gadolinium (für die Magnetresonanz). Nach der Injektion ließ sich ein und derselbe Partikeltyp so mittels mehrerer, unabhängiger Analysemethoden erfassen und für die bildgebende Darstellung der markierten oder kontrastierten Bereiche verwenden (»multimodal imaging«).

Per Synthese variiert wurden die Größe des Kerns, der hydrodynamische Durchmesser des gesamten Polymerkolloids und der Aufbau der Corona. Hier wurden Wiederholungseinheiten mit sauren Gruppen partiell durch ungeladene Monomere mit PEG-Seitenketten ersetzt. Durch Variation des Monomierzulaufs in der Synthese erfolgte dies statistisch bzw. mit einem Gradienten von innen nach außen. Die Auswirkungen der Corona-Modifikation belegten Studien zur Interaktion mit Blutzellen (in vitro und in vivo). Einzelne Partikelchargen mit hoher Ladung zeigten ungewöhnlich lange Zirkulationszeiten im Blut, die als Indiz für eine Internalisierung in Zellen sprechen. Mit sinkender Oberflächenladungsdichte und zunehmender Abschirmung der Partikeloberfläche nahm diese Tendenz ab. Damit ergibt sich eine Steuerungsmöglichkeit der Zirkulationszeiten über die Gestaltung der Partikel-Corona.

Auf der Basis dieser erfolgreichen Trägerentwicklung steht jetzt eine Weiterentwicklung der Polymer-Nanopartikel zum Kontrastmittel an.

»Multimodal imaging« with variously loaded, polymeric nanoparticles

Tailor-made, synthetic polymer colloids are well-established carrier systems in biomedical research [1]. Particle size and size distribution, density and hydrophobicity, surface functionalization and surface structure can be adjusted over a wide range. Possible particle morphologies cover a spectrum from smooth-glassy, homogeneous spheres to core-shell structures, nanocomposites and »hairy« polymer colloids. Such »hairy« polymeric nanoparticles have an exceptional colloidal stability. Their compact core – often internally crosslinked – is surrounded by a corona of flexible, water-soluble polymer chains. Although covalently linked to this core, these chains project into the aqueous phase and act as spacers, preventing adjacent cores from coming into contact with each other. The hydrophilicity and charge density of this corona can be adjusted and, in this way, nanoparticles can be created with high ion exchange capacity, localized in the shell [2].

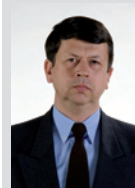
In imaging diagnostics, there is a constant search for more efficient labeling substances and contrast agents. They are necessary for visualization of organ systems in the human body. New methods, such as positron emission tomography (PET), make high demands on the carrier systems used. For an EU-funded project at the Charité Berlin, »hairy« carrier particles were prepared. They can be loaded with highly-charged radiotracer ions in strongly acidic media, coupled with various ligands and easily labeled with a fluorescent marker. Binding of radioactive gallium or indium (for PET) as well as gadolinium (for magnetic resonance) was successfully tested. After injection, the same particle type, but

variously loaded, could be detected by several different, independent diagnostic methods and used for »multimodal imaging« of labeled or stained organs. The size of the particle core, hydrodynamic diameter of the whole polymer colloid and composition of the corona were varied by synthesis. Inside the corona, acidic repeat units were partially substituted by uncharged monomers with PEG side chains. By varying the monomer feed during synthesis, this substitution could be made to occur either randomly or with a gradient from inside to outside. The influence of corona modification could be seen in interaction studies with blood cells (in vitro and in vivo). Some highly charged particles had unusually long circulation times in the blood stream. This was interpreted as an indication of carrier internalization into cells. The tendency decreased with lower surface charge density and increased shielding of the particle surface by PEG units. It is therefore possible to control particle circulation times in the blood through the design of the particle corona.

On the basis of this successful carrier development, further work has begun with polymeric nanoparticles to produce a suitable contrast agent.



Kontakt Contact



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

Prof. Dr. med. Dr. h.c. Ulrich Pison
Telefon: +49 (0) 30 / 4 50-559-024
Fax: +49 (0) 30 / 4 50-559-924
ulrich.pison@charite.de

Literatur Literature

- [1] R. H. Müller, B.-R. Paulke: »Kolloide als Arzneistoffträger in der Medizin« Spektrum der Wissenschaft 8 (1994) 102-106
- [2] R. Wang, H. Schmiedel, B.-R. Paulke: »Isothermal titration calorimetric studies of surfactant interactions with negatively charged, »hairy« latex nanoparticles« Colloid & Polymer Sci. 283 (2004) 91-97
- [3] 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 (2007) 195 102
- [4] H.-G. Hicke, Margot Becker, B.-R. Paulke, M. Ulbricht: »Covalently coupled nanoparticles in capillary pores as enzyme carrier and as turbulence promoter to facilitate enzymatic polymerizations in flow-through enzyme-membrane reactors« Journal of Membrane Science 282 (2006) 413-422

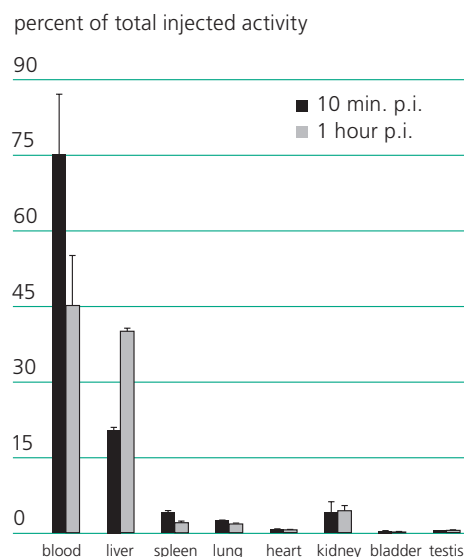


Fig. 3: Biodistribution of radiolabeled nanoparticles in Wistar rats.

Anti-Graffiti-Beschichtungen für den Denkmalschutz



Fig. 1: Graffiti sprayed on protected buildings.

Graffiti ist eine wachsende Bedrohung für unser kulturelles Erbe. Das betrifft Baudenkmäler in allen Städten ganz Europas. Abgesehen von Aspekten wie Authentizität und Ästhetik beeinträchtigen und schädigen die Wechselwirkungen von Graffiti und den diversen notwendigen Reinigungsprozeduren die historische Bausubstanz. Dieses Problem ist besonders ernst, wenn poröse Materialien verwendet wurden, wie Sandstein, Ziegel oder Kalkmörtel. Diese saugen die Graffiti-farben auf, die sich dann nur noch extrem schwer entfernen lassen. Außerdem verschließt Graffiti die Poren der Materialien. Dadurch wird die »Atmung« der Bauwerke, d. h. der natürliche Austausch und Transport von Feuchtigkeit, behindert. Zudem greifen die gängigen Reinigungsmethoden die zu säubernden Oberflächen an, so dass sich ihre häufige Anwendung verbietet. Entsprechend groß ist die Gefahr für historische Baudenkmäler, die von Graffiti ausgeht.

Der Einsatz polymerer Sperrschichten zum Oberflächenschutz mag als einfache Lösung für das Problem Graffiti erscheinen. Jedoch funktionieren diese Beschichtungen bis jetzt meist nicht gut. Auch können sie ästhetische oder physikalische Veränderungen bis hin zu irreversiblen Schädigungen der Bausubstanz verursachen. Daher werden neuartige Polymermaterialien für Anti-Graffiti-Beschichtungen benötigt, die speziell auf historische Baudenkmäler zugeschnitten sind. Die Schutzschicht sollte einerseits dauerhaft bei Normalbedingungen sein, andererseits aber leicht zu entfernen, wenn das für Erhaltungszwecke, Restaurierungen oder die Wiederherstellung von Authentizität erforderlich ist.

Die angestrebte Schutzbeschichtung muss eine Reihe von Merkmalen in sich vereinigen wie:

- niedrige Oberflächenenergie
- Beständigkeit gegenüber Umwelteinflüssen (Anwendung dauerhaft im Freien)
- vollständige Entfernung mittels schonender Reinigungsverfahren
- Durchlässigkeit gegenüber Wasserdampf
- Undurchlässigkeit gegenüber kondensiertem Wasser
- optische Transparenz und Mattigkeit, somit Unsichtbarkeit für das Auge.

In einem Verbundprojekt haben sich mehrere europäische Institutionen, die sich mit der Betreuung von Kulturerbe, mit dem Bautenschutz und mit der Entwicklung moderner Polymermaterialien beschäftigen, zusammengeschlossen, um mit vereinten Kräften und Know-how dieses Problem anzugehen und so die Grundlagen für eine neue Generation von Anti-Graffiti-Beschichtungen für historische Baudenkmäler zu entwickeln.

Gegenwärtig steht die Entwicklung neuartiger Anti-Graffiti-Materialien mit passenden Eigenschaften im Vordergrund. Diese Aufgabe wird vom Fraunhofer IAP gemeinschaftlich mit unseren Partnern in Gliwice (Polen) begleitet. Parallel dazu wird mittels Labortests zur Beständigkeit traditioneller Baumaterialien, die mit dem neuen Beschichtungssystem behandelt wurden, der Einsatz des neuen Anti-Graffiti-Materials vorbereitet. Zudem werden diese neuen Materialien mit aktuell verwendeten, kommerziellen Produkten verglichen. Darüber hinaus werden besonders schonende Reinigungsverfahren entwickelt. In nächster Zeit soll die Leistungsfähigkeit des neuen Anti-Graffiti-Systems untersucht und mittels Feldstudien auf porösen Untergründen von Kulturerbe-Baudenkmalern europaweit getestet werden.

Anti-graffiti coatings for protecting cultural heritage

Graffiti is a growing threat to our cultural heritage, affecting protected buildings and monuments throughout European cities. Quite apart from issues of authenticity and aesthetics, the combined action of the graffiti and cleaning methods used to remove it can seriously damage the fabric of historic buildings. This problem is particularly severe where porous materials are used, such as sandstone, bricks and lime mortars. These materials absorb the graffiti colorants, which are then extremely difficult to remove. In addition, graffiti blocks the pores of the building material. This stops the building from »breathing«, i.e. prevents the natural transport of moisture. Another problem is that current graffiti cleaning methods attack the surfaces being cleaned, precluding frequent use of these removal methods. So damage to historical monuments by graffiti poses a real threat.

The use of polymer barrier coatings for surface protection may appear an easy solution to the graffiti problem. However, for the most part, these coatings have not worked well, so far. They may also cause aesthetic or physical changes or even irreversible damage to the building fabric. For this reason, novel polymer materials, specially formulated for historic buildings, are needed to produce new antigraffiti coatings. In particular, the protective coat should be semi-permanent, i.e. be stable under normal conditions but easy to remove, if necessary, for purposes of conservation, restoration or re-establishment of authenticity. The required protective coating system must combine a number of different characteristics:

- low surface energy
- resistant to environmental effects (durability in outdoor use)
- fully removable using mild cleaning methods
- permeable to water vapour
- impermeable to liquid water
- transparent with low gloss, so invisible to the eye

In a collaborative effort, several European institutions variously specializing in cultural heritage management, building protection and the development of modern polymer materials have united their skills and know-how to tackle this problem, with the aim of pioneering a comprehensive and integrated approach as the basis for the next generation of antigraffiti coatings.

Present efforts are focusing on the development of novel anti-graffiti materials with suitable properties. This research is being carried out jointly by the Fraunhofer IAP and our partner in Gliwice (Poland). Alongside this work, laboratory tests are being conducted to determine the durability of traditional building materials treated with the new anti-graffiti coating system, in preparation for its use. In addition, these new materials are being compared with currently used commercial products. Special mild cleaning methods are also being developed. In the near future, the performance of the new anti-graffiti system will be studied and validated in field tests on the porous substrates of cultural heritage buildings all over Europe.

Kontakt Contact



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

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

Kooperation Cooperation

Fundación LABEIN, Bilbao (E) (Coordinator)
Ayuntamiento de Bilbao (E)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung BAM, Berlin (D)
Belgian Building Research Institute BBRI, La Limelette (BE)
Centro Interdipartimentale de Scienza e Tecnica per la Conservazione del Patrimonio Storico-Architettonico, Università di Roma La Sapienza (I)
NORTECH GMBH Anti-Graffiti-Systeme, Springe (D)
Restauraciones Siglo XXI S.L., Bilbao (E)
Zakład Karbochemii Polska Akademia, Gliwice (PL)
Zavod za gradbeninstvo Slovenije, Ljubljana (SLO)

Förderung Funding

European Commission, 6th Framework Programme, SPP Call3-513718 Graffitiage

Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science«

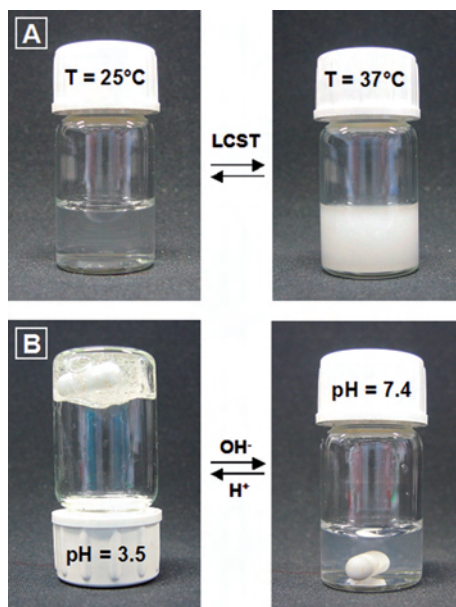


Fig. 1: Examples of biocompatible, stimuli-responsive polymers prepared in our laboratory: (A) thermosensitive polymer, (B) pH-sensitive polymer.

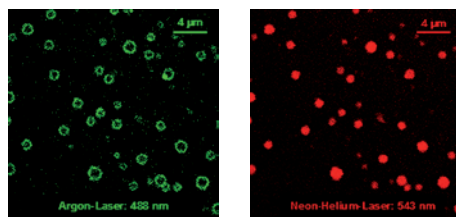


Fig. 2: Examples of fluorescent polymer microgels (fluoresceine and rhodamine B double labeling) prepared in our laboratory.

Die Nachwuchsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science« stellt ein Bindeglied zwischen Polymerwissenschaft und Lebenswissenschaft dar und verbindet gleichzeitig die Grundlagenforschung mit der Anwendungsforschung. Sie ist ein Kooperationsprojekt zwischen dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung und dem Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung.

In erster Linie wollen wir neue, gut definierte Makromoleküle entwickeln, die bisher unbekannte Eigenschaften aufweisen und großes Potenzial für die Lebenswissenschaften haben. Dazu gehören beispielsweise wasserlösliche Polymere, amphiphile Block-Copolymere, Hybride aus synthetischen Polymeren und Biomakromolekülen, Polyelektrolyte, biologisch abbaubare Polymere oder schaltbare Polymere (Fig. 1). Für deren Synthese benutzen wir verschiedene moderne Methoden wie kontrollierte radikalische Polymerisation (ATRP, NMP und RAFT), kontrollierte N-Carboxyanhydrid-Polymerisation, Ringöffnungspolymerisation oder »click«-Chemie [1-5]. Alle diese Methoden bilden einen »makromolekularen Werkzeugkasten«, der die Synthese von Makromolekülen mit einer maßgeschneiderten molekularen Struktur ermöglicht (d. h. kontrollierte Kettenlänge, Molekulargewichtsverteilung, Aufbau, Architektur und Funktionalität). Ein gutes Beispiel dafür ist ein kürzlich von uns synthetisiertes Poly(ethylenglycol) Pfropf-Copolymer mit einstellbarer Thermosensitivität. Das Verhalten dieser stimuli-sensitiven Polymere kann durch einfache Variation der molekularen Struktur präzise kontrolliert werden. Im Vergleich zu herkömmlichen thermosensitiven Polymeren (z. B. PNIPAM) besitzen diese neuen Strukturen den Vorteil, dass sie einen reversiblen Phasenübergang

aufzeigen. Zudem besitzen diese »intelligenten«, biokompatiblen Makromoleküle ein sehr hohes Potenzial für Anwendungen in der Biotechnologie.

Gut definierte Polymere, die mit den oben beschriebenen Methoden hergestellt werden, sind unsere Hauptbausteine für die Synthese von maßgeschneiderten 2D- (funktionelle Oberflächen) oder 3D- (Nanopartikel) Nanostrukturen. Sie eröffnen breite medizinische Anwendungsbereiche, wie kontrollierter Wirkstofftransport, nichtviraler Gentransfer oder magnetische Resonanzbildgebung [6]. In den letzten Jahren wurden in unserem Labor verschiedenste Nanostrukturen hergestellt: Nanoaggregate, mit denen DNA in eine lebende Zelle transportiert werden kann (Polyplexe), Mikrogele für den kontrollierten Wirkstofftransport, Nanopartikel für diverse Anwendungen in der Nanobiotechnologie und Mizellaraggregate, die ein enormes Anwendungspotenzial als Wirkstoffträger besitzen (Fig. 2), um nur einige Beispiele zu nennen [7-10]. Darüber hinaus wird die Forschungsgruppe »Nanotechnologie für Life-Science« dieses Jahr ein großes Campusprogramm starten, in dem die räumliche Nähe der Golmer Forschungslandschaft genutzt wird. In interdisziplinärer Zusammenarbeit soll eine neue Generation bioaktiver Oberflächen (d. h. kolloidale oder flach modellierte Oberflächen) designt werden, die auf Anforderung mit biologischen Systemen wie DNA, Proteinen, Enzymen oder Zellen interagieren können. Dieses neue, interdisziplinäre Netzwerk umfasst die aktive Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer-Institut für Biomedizinische Technik (Fraunhofer IBMT), dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung und dem Institut für Physikalische Biochemie der Universität Potsdam.

»Nanotechnology for life science« research group

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

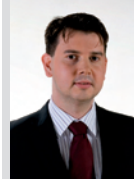
A primary objective of our research is to synthesize polymers with a high potential for biomedical applications, such as water-soluble polymers, amphiphilic block-copolymers, biodegradable polymers, polymer bioconjugates and stimuli-responsive polymers (Fig. 1).

Our research philosophy is to design novel macromolecules with unprecedented properties. For building such macromolecules, we are using straightforward modern polymerization techniques such as controlled radical polymerizations or click chemistry [1-5]. All these methods provide an original »macromolecular toolbox«, which allows us to synthesize macromolecules with a tailor-made molecular structure (i.e. controlled chain length, molecular weight distribution, composition, architecture and functionality). A good example of our synthesis work is our recent design of thermoresponsive polymers based on oligo(ethylene glycol) segments. The stimuli-responsive behavior of these new polymers can be precisely controlled simply by varying their molecular structure. In compari-

son with standard thermoresponsive polymers (e.g. PNIPAM), these novel structures offer the advantage of reversible phase transition. Such »smart« biocompatible macromolecules have very promising potential for biotechnology applications.

Synthetic polymers are also our main building blocks for nanotechnology. We design tailor-made 2D (functional surfaces) or 3D (nanoparticles) nanostructures for a wide range of medical applications such as bioseparation, controlled drug delivery, non-viral gene delivery or magnetic resonance imaging [6]. Various types of colloidal nanostructures have been prepared in our laboratory over the last few years, such as nano-aggregates capable of transporting DNA into living cells (polyplexes), microgels for controlled drug delivery, stealth nanoparticles, which can be used for various applications in nanobiotechnology, and micellar assemblies (micelles, vesicles), which have enormous application potential as nanocontainers for drug delivery (Fig. 2) [7-10]. This year our group is also starting a large campus program aimed at designing a new generation of bioactive surfaces (i.e. colloidal or flat model surfaces) that are capable of interacting »on demand« with biological systems such as DNA, proteins, enzymes or cells. This newly created interdisciplinary network involves active collaboration with the Fraunhofer Institute for Biomedical Engineering (Fraunhofer IBMT), the Max Planck Institute of Colloids and Interfaces and the Institute of Physical Biochemistry of 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

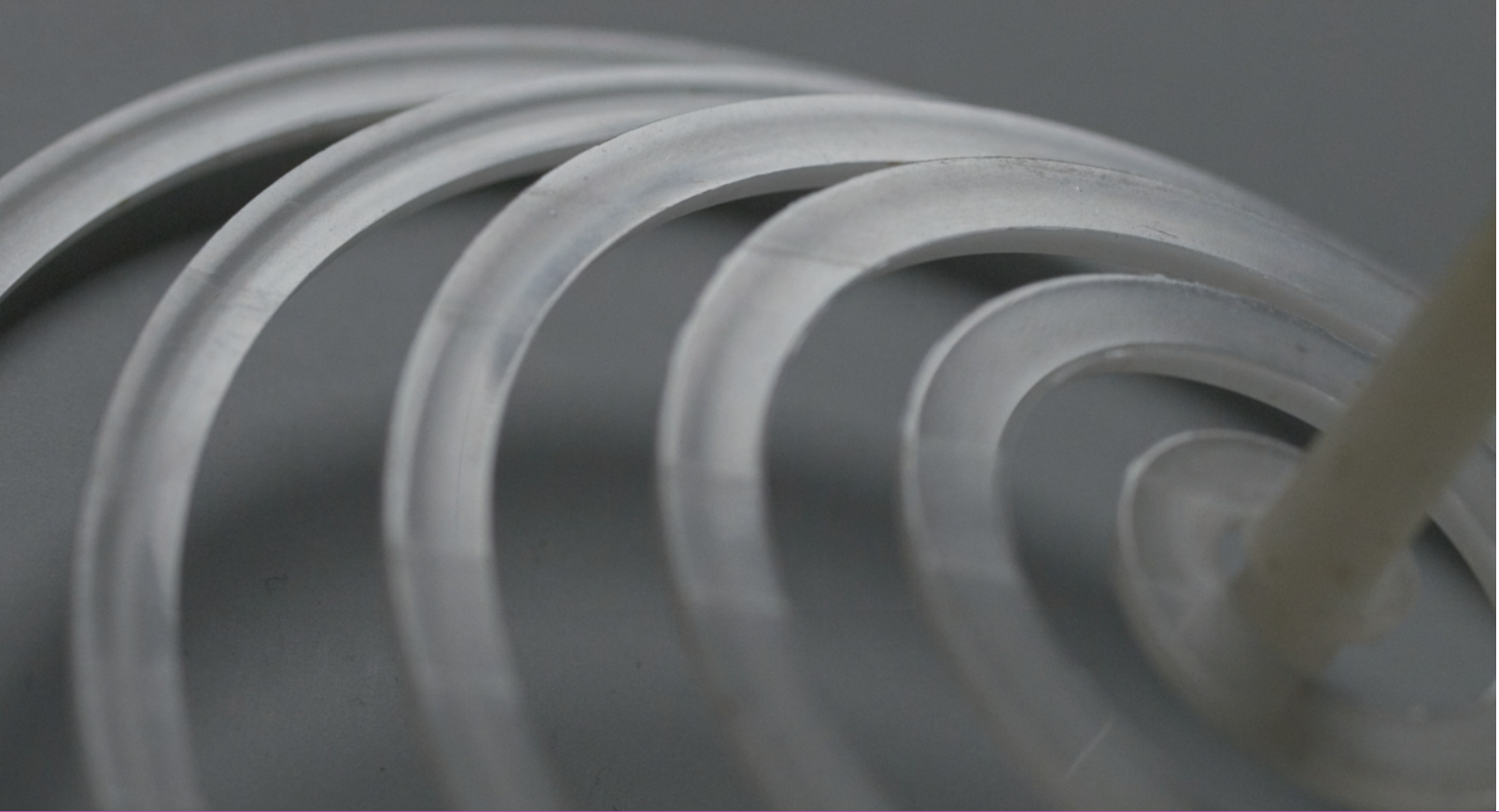
DFG (LU 1195/1-1), DFG Sfb 448, BMBF Nanochem, BMBF Gesundheitsforschung, Schering AG

Kooperation Cooperation

Max-Planck-Institut für Kolloid und Grenzflächenforschung, Universität Potsdam, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Schering AG, Qiagen GmbH, Ludwig-Maximilians Universität München, Fraunhofer IBMT

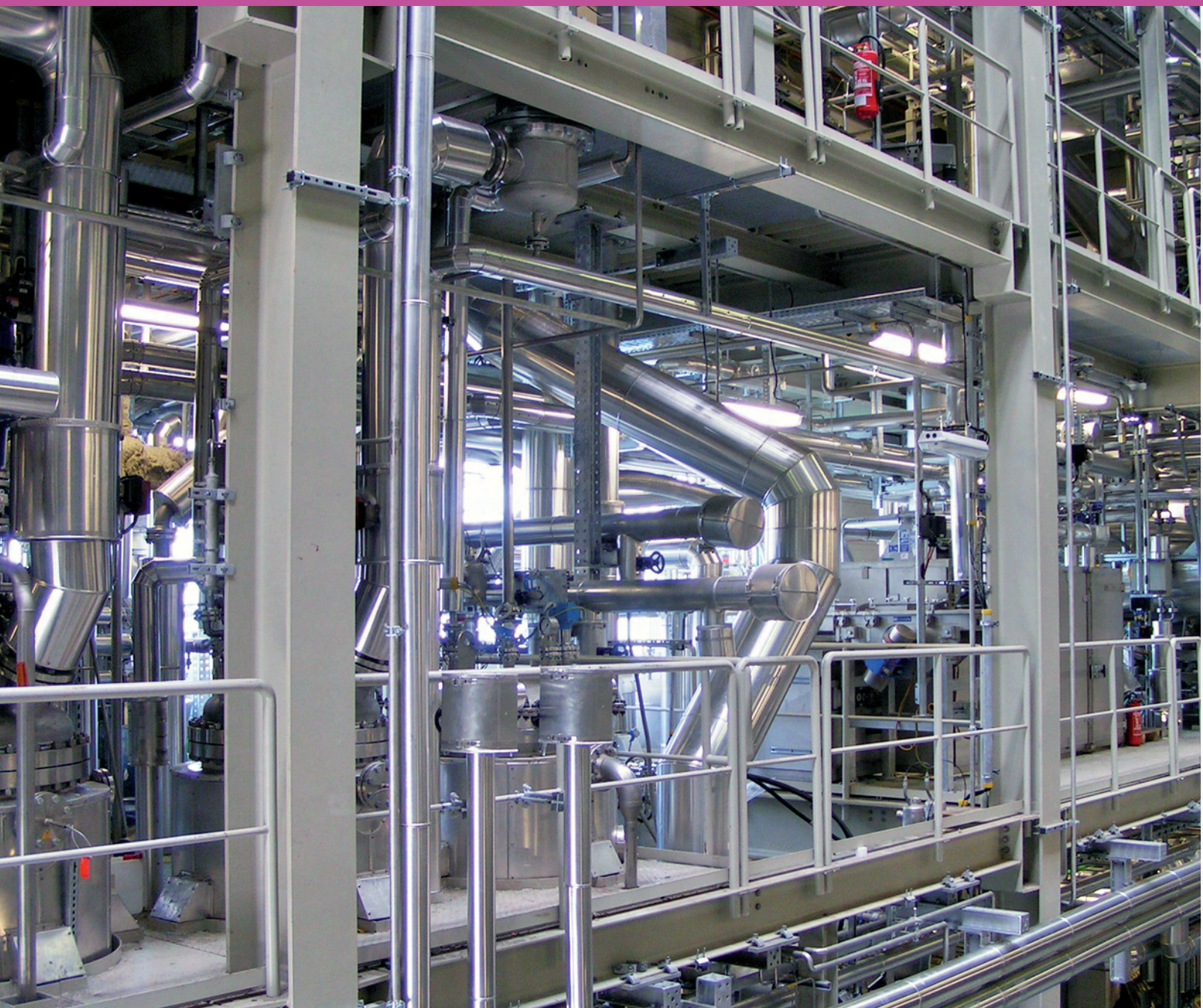
Literatur Literature

- [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 (2006) 893
- [2] 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 (2006) 6376
- [3] J.-F. Lutz, Ö. Akdemir, A. Hoth: »New perspectives in PEGylation: Controlled radical polymerization of oligo(ethylene glycol) methacrylates«
PMSE Preprints 95 (2006) 1052
- [4] 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 (2006) 13046
- [5] S. Acerbis, D. Bertin, B. Boutevin, D. Gignes, P. Lacroix-Desmazes, C. Le Mercier, J.-F. Lutz, S. R. A. Marque, D. Siri, P. Tordo: »Intramolecular hydrogen bonding: The case of beta-phosphorylated aminoxyl radical. Hydrogen bonding and electrostatic stabilizing interactions«
Helv. Chim. Act. 89 (2006) 2119
- [6] J.-F. Lutz: »Solution self-assembly of tailor-made macromolecular building-blocks prepared by controlled radical polymerization techniques«
Polym. Int. 55 (2006) 979
- [7] 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 (2006) 3132
- [8] J.-F. Lutz, S. Pfeifer, M. Chanana, A. F. Thünemann, R. Bienert: »H-bonding directed self-assembly of synthetic copolymers containing nucleobases: Organization and colloidal fusion in a non-competitive solvent«
Langmuir 22 (2006) 7411
- [9] J.-F. Lutz, J. Kristen, K. Skrabania, A. Laschewsky: »Synthetic strategies for preparing multicompartment micelles«
Polymer Preprints 47 (2006) 792
- [10] A. Laschewsky, S. Garnier, J. Kristen, M. Mertoglu, K. Skrabania, J.-F. Lutz: »Comb-like polymeric surfactants by combining block and graft copolymer architectures«
PMSE Preprints 94 (2006) 307



pioneers in polymers

pioneers in polymers



Pilotanlagezentrum Schkopau

Pilot Plant Center Schkopau

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Kunststoffentwicklung im Pilotmaßstab

Plastics development in the pilot-plant level

Anwendungen und Dienstleistungen

Applications and services

Material- und anlagenspezifische Entwicklungen in den Verarbeitungslinien

Material- and plant-specific developments in processing lines

Kunststoffentwicklung im Pilotmaßstab

Das Fraunhofer Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und -verarbeitung (PAZ) in Schkopau ist eine gemeinsame Initiative der Fraunhofer-Institute für Angewandte Polymerforschung (IAP) in Potsdam-Golm und für Werkstoffmechanik (IWM) in Halle. Dabei werden die Kompetenzen des Fraunhofer IAP zur Polymersynthese und die des IWMH zur Polymerverarbeitung effizient kombiniert. Dieses in dieser Form einmalige Pilotanlagenzentrum ermöglicht es, Kunststoffe im industriekompatiblen Maßstab zu entwickeln.

Erfolgreicher Abschluss des BMBF-Vorhabens »Fraunhofer-Demonstrationszentrum für Polymersynthesen«

Globale Zielstellung des Vorhabens »Demonstrationszentrum für Polymersynthesen« ist die Übertragung breit gefächelter Möglichkeiten bei Polymersynthese und -verarbeitung in den halbtechnischen Maßstab. Zudem soll hier die Verzahnung von Synthese und Verarbeitung der Polymeren erreicht werden, um Beiträge zur Entwicklung neuer Produkte und innovativer Technologien entlang der gesamten Wertschöpfungskette zu leisten – vom Monomer über die Synthese und Verarbeitung von Polymeren bis hin zum geprüften Bauteil nach Maß. Durch die Integration in FuE-Netzwerke aus angewandter, industrieller und Grundlagenforschung – wie dem Kunststoffnetzwerk Mitteldeutschland, dem internationalen Verbund europäischer Chemieregionen ECRN oder dem Polykum e.V. – ist das Pilotanlagenzentrum insbesondere mit Blick auf Klein- und mittelständische Industriebetriebe in der Lage als aktiver Partner Impulse für die Innovationstätigkeit auf dem Gebiet der Kunststofftechnik zu geben.

Die Einbettung des im Projektzeitraum neu errichteten Pilotanlagenzentrums in den ValuePark Schkopau, der speziell auf Kunststofftechnologie ausgerichtet ist, bietet hierzu die besten Voraussetzungen.

Die wissenschaftliche Leitung des Pilotanlagenzentrums und des Lehrstuhls Polymerisationsreaktionstechnik an der Martin-Luther-Universität Halle liegen in einer Hand. Durch diese Personalunion ist die notwendige Verknüpfung von Wissenschaft und Praxis gewährleistet. Schnell und effizient können so neue Ansätze zur Vor- und Rückwärtssimulation und Modellierung von Prozess- und Materialeigenschaften für neue Material- und Prozessentwicklungen gefunden werden.

Mit dem Abschluss der letzten Installationsarbeiten zur Erweiterung der Polyesterlinie für eine kontinuierliche Prozessführung sind bis zum Ende des ersten Quartals 2006 alle Syntheselinien mechanisch fertig gestellt worden. Nach erfolgreichen Funktionstests der Anlagen der einzelnen Sektionen der Hochviskostechnologien lag der Schwerpunkt der Arbeiten im vergangenen Jahr bei der Inbetriebnahme dieses Anlagenbereiches, um die volle Betriebsbereitschaft des Pilotanlagenzentrums sicherzustellen. Dazu zählen die Linien Massepolymerisation, Reaktivextrusion und Lösungspolymerisation. Hierbei waren teilweise erhebliche Änderungen der Anlagenkonfiguration notwendig, um die vorab definierten Leistungsziele der Anlagentechnik zu erreichen.

Durch die modulare Gestaltung der Einzellinien können Einzelmodule aus unterschiedlichen Linien verknüpft werden. Dies eröffnet die Möglichkeit – ggf. in Verbindung mit der Einbindung zusätzlicher Apparate – temporär neue Verfahrenslinien für spezifische,

neue Produkte zu entwickeln. Damit sind die Erwartungen an das Gesamtprojekt nicht nur in vollem Umfang erfüllt worden – das erreichte Ergebnis übertrifft das angestrebte Ziel deutlich. Als Resultat kann ein steigendes Interesse am PAZ von Unternehmen der polymerchemischen Industrie verzeichnet werden.

Umsetzung erster Polymersyntheseprozesse in den Pilotmaßstab

In Vorbereitung auf zukünftige Projektkampagnen sind im Anschluss an die Inbetriebnahmen anlagentypische Syntheseprozesse oder Verfahrensschritte in den jeweiligen Syntheselinien umgesetzt worden, um die Funktionalität der Linien an praktischen Beispielen nachzuweisen. Neben weiteren Versuchen zur Optimierung der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid in der Emulsionspolymerisationslinie betraf das generell Massepolymerisationsprozesse (PA-6; PA-6,6; Polyesteramid) sowie den Verfahrensschritt Finishing des Lösungskautschukprozesses. Die Ergebnisse dieser Versuche entsprachen den jeweiligen Vorgaben bzgl. der zu erwartenden Produktqualitäten als auch hinsichtlich der technologischen Prozessparameter (u. a. Temperatur- und Druckverläufe, Vakuumbgüte) in nahezu idealer Weise.

Daneben sind erste Auftragskampagnen erfolgreich durchgeführt worden. Innerhalb einer FuE-Kooperation mit dem holländischen Unternehmen DSM zur Synthese eines speziellen Polyamidproduktes wurde gemeinsam mit DSM Research in Vorbereitung für diesen Prozess durch Verknüpfung von Einzelmodulen aus der Polykondensationslinie und der Hydrierungsanlage eine neue Linie aufgebaut. Weiterhin wurde

ein neues Finishing-Verfahren entwickelt und in den Pilotmaßstab überführt. Die Synthese selbst setzt sich aus den bekannten Stufen – Aufkonzentrierung der wässrigen Lösungen der Monomermischung und Polykondensation – sowie dem neuartigen Verfahrensschritt zusammen. Die konstruktive Gestaltung und die notwendigen Installationen zur Realisierung des neuen Verfahrensschritts waren Teil der Leistung des Fraunhofer IAP. Ziel der Syntheserie war die Optimierung der Verfahrensparameter hinsichtlich der Einstellung der geforderten Molmasse und der Endgruppenqualität. Die entsprechenden Vorgaben konnten erreicht werden.

Eine weitere Projektkampagne, die im Auftrag eines regionalen Unternehmens durchgeführt wurde, betraf die Überführung eines Laborverfahrens zur Synthese eines speziellen Schmelzklebers über einen Polykondensationsprozess. Der anlagenseitig unkomplizierte Prozess unter Nutzung der Knettechnologie erforderte allerdings zur Erzielung der gewünschten Produkteigenschaften ein extrem hohes Vakuum von deutlich unter einem Millibar. Durch Änderungen der Konfiguration der im Bereich der Hochviskostechnologie installierten Vakuumsysteme und der Rohrleitungsführung konnten die vorgegebenen Vakuumbedingungen erfüllt und somit das Produkt in der erforderlichen Qualität synthetisiert werden.

Die Entwicklung der anlagenseitig im Mittelpunkt des Pilotanlagezentrums stehenden Hochviskostechnologie für neue Polymersyntheseprozesse – mit der neben verbesserten Produkteigenschaften auch Beiträge zur energiesparenden und Ressourcen schonenden Herstellung von Polymeren erwartet werden – bildete weiterhin den

Schwerpunkt der Arbeiten zur anwendungsorientierenden Vorlaufforschung. Grundlegende Projekte zur Nutzung dieser Technologie im Bereich der Synthese von Hochleistungspolyamiden (diskontinuierliche Variante) und zur Lösungsmittleindampfung von Synthetikgummlösungen (kontinuierliche Variante) sind inzwischen mit Untersuchungen im 2,5 L-Laborknetzer begonnen worden. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen bilden die Basis für die geplante spätere Umsetzung der Prozesse in den Pilotmaßstab.

Material- und anlagenspezifische Entwicklungen in den Verarbeitungslinien

Im Bereich Polymerverarbeitung ist beispielhaft ein Forschungsprojekt mit den Firmen Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH und Berstorff GmbH sowie eine Reihe kleinerer Entwicklungsaufträge mit diversen Unternehmen zu nennen. Im Rahmen dieses Forschungsprojekts wurden Untersuchungen zur Schneckenoptimierung für die Verarbeitung von Naturfasern, geschnittenen Glasfasern und Cellulosegeneratfasern durchgeführt. Des Weiteren erfolgten systematische Untersuchungen zum Verarbeitungseinfluss beim Spritzgießen der vorgenannten Materialien auf die Faserlängen und die mechanischen Kennwerte. Ein wesentlicher Teil der Arbeiten befasste sich mit der Entwicklung einer Methodik, die es ermöglicht, bei der Spritzgieß-Compoundierung an verschiedenen Stellen im technologischen Ablauf auf eine reproduzierbare Weise Material für die Ausprüfung zu entnehmen und für das Material typische Parameter zu bestimmen. Im Mittelpunkt der Entwicklungsarbeiten mit diversen Unternehmen

standen die Herstellung von Langglasfaser-verstärkten Musterbauteilen aus PP mittels Spritzguss-Direktverarbeitung und der Vergleich der erzielten Kennwerte mit denen aus einem Stäbchengranulat. Zudem wurde die Substitution von PP durch PA in einem vorgegebenen Werkzeug, die Herstellung von Musterteilen mit der IMC aus einem Material möglichst hoher Dichte durch die Einarbeitung von schwerem Füllmaterial in den Kunststoff, die Compoundierung von Hochtemperatur-Thermoplasten sowie von mit Naturfasern verstärktem PLA untersucht. Parallel zur Bearbeitung der vorgenannten Projekte erfolgte die Weiterentwicklung spezifischer Anlagenkomponenten. Hierunter fallen insbesondere die Entwicklung der Dosier- und Fördertechnologie zum Eintrag von Fasern geringer Schüttdichte in den Extruder, Arbeiten am online-Rheometer für den Spritzgießcompounder sowie vorbereitende Umbauarbeiten zur Integration der Optifoam-Verschäumtechnologie in den Spritzgießcompounder.

Plastics development in the pilot-plant level

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 Material Mechanics (Fraunhofer IWM) in Halle. Therewith, the Fraunhofer IAP's competences in polymer synthesis are efficiently combined with the Fraunhofer IWMH's competences in polymer processing. The Pilot Plant Center enables plastics development in an industry-compatible scale in a unique way.

Successful completion of the German Federal Ministry of Education and Research (BMBF) project »Fraunhofer Demonstration Center for Polymer Syntheses«

The overall aim of the above project was to scale up wide-ranging facilities for polymer synthesis technology and polymer processing to pilot-plant level and achieve close integration of polymer synthesis and processing. This will enable the Pilot Plant Center, as a research provider, to undertake targeted development work on new products and innovative technologies along the entire value chain from monomers through polymer synthesis and processing to tested components. Through its integration in R&D networks for basic, applied and industrial research, like the Central German Plastics Network (Kunststoffnetzwerk Mitteldeutschland) or the European Chemical Regions Network (ECRN), and its collaboration with »Polykum e.V.«, the Pilot Plant Center is an active partner in plastics engineering innovation, particularly in the small

and medium-sized enterprise sector. The integration of the Pilot Plant Center into the Schkopau »ValuePark« – an industrial park for chemical-related industries with a strong orientation towards plastics technology – provides an ideal operating environment. The creation of a combined post – professor of polymerization reaction technology at the Martin-Luther University of Halle-Wittenberg and scientific director of the Pilot Plant Center – enhances the scientific input. It enables new approaches for forward and backward simulation and modelling of process parameters and material properties to be found quickly and easily, so opening the way to new material and process developments. With the conclusion of installation work to extend the polyester line and allow continuous operation, all synthesis lines were mechanically completed by the end of the first quarter of 2006. After successful functional testing of modules in the individual sections of these high-technology facilities, our work last year focused on commissioning these synthesis lines to ensure the full readiness of all parts of the Pilot Plant Center. The plant sections involved were the bulk polymerization, reactive extrusion and solution polymerization lines. In some cases, considerable changes in plant configuration were necessary to achieve previously defined performance goals. The modular design of the individual synthesis lines makes it possible to link up individual modules from different lines – if necessary also incorporating additional equipment – and so create temporary new processing lines to develop specific new products.

This degree of flexibility far exceeds the original objectives of the whole project and, as a result, the polymer industry is showing increasing interest in the Pilot Plant Center.

Upscaling the first polymer synthesis processes to pilot-plant level

In preparation for future projects, typical synthesis processes or process steps were scaled up in the relevant synthesis lines to prove their functionality. This included further optimizing continuous emulsion polymerization of vinyl chloride, bulk polymerization processes (polyamide 6 and polyamide 66; polyester amide) and the finishing step in the solution rubber process. The trial results almost ideally fulfilled the predefined requirements in terms of product quality and technological process parameters (temperature and pressure curves, vacuum quality).

In addition, the first commissioned contracts were successfully carried out. We cooperated with the Dutch company DSM to synthesize a special polyamide product. In preparation for this process, we and DSM Research created a new synthesis line by combining individual modules from the polycondensation line and the hydrogenation unit. A new finishing process was also developed and scaled up to pilot-plant level.

The synthesis process itself comprises known steps, i.e. concentrating the aqueous solutions of the monomer mixtures and polycondensation, and the new process step. Part of the

Fraunhofer IAP's work involved designing the new line, installing the additionally required field devices and constructing the finishing unit. The aim of the synthesis series was to optimize the process parameters to obtain the required molecular weight and end group quality. The product specifications defined by the client were achieved.

Another project, commissioned by a regional company, involved scaling up a laboratory process for synthesizing a special hot melt adhesive by polycondensation. The challenge of this – otherwise uncomplicated – process based on kneading technology was to achieve the vacuum quality of less than one millibar required to ensure the correct product properties. By changing the configuration of the vacuum systems and piping in the high viscosity section, it was possible to obtain the necessary vacuum conditions and synthesize a product with the required quality.

The development of high viscosity technology is central to the new polymer synthesis processes at the Pilot Plant Center and continues to be the main focus of our work in the area of applied research. With this technology, not only improved product properties but also real contributions to energy- and resource- saving polymer manufacture can be expected. We have now embarked on more fundamental research projects to investigate using this technology in the synthesis of high-performance polyamides (discontinuous variant) and the solvent evaporation of rubber solutions (continuous variant). The first step involved trials on

a 2.5 L laboratory kneader. The results of these trials will form the basis for our planned upscaling of the processes to pilot-plant level.

Material- and plant-specific developments in processing lines

In the area of polymer processing, the Fraunhofer IAP was primarily involved in a research project with Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH and Berstorff GmbH but also participated in a number of smaller development projects with various companies.

In this research project, our aim was to optimize screw design for compounding natural fibers, chopped glass fibers and regenerated cellulose fibers. In addition, we conducted systematic investigations into the effect of processing conditions during injection molding of the compounded materials on fiber length and mechanical properties. An essential part of the work was to develop a method for reproducible sampling of material at various points in the injection molding compounding process. Typical material characteristics can then be determined.

Our development work with various other companies focused on producing long-fiber-reinforced sample components from PP by direct injection molding and comparing their characteristics with those of components produced from rod-shaped pellets. We also examined the effect of replacing PP by PA in combination with the use of a special tool, experimented with IMC production of sample components

from a high-density plastic material obtained by adding a heavy filler, and studied compounding of high-temperature thermoplastics and natural-fiber-reinforced PLA.

In the course of the above-mentioned projects, we carried out further development of specific plant components. These activities included, in particular, development of metering and conveying technology for feeding fibers with low bulk density into the extruder, work on an online rheometer for the injection molding compounder and preparatory modification work to integrate Optifoam technology into the injection molding compounder.

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

Pilot Plant 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

Pilot Plant Verarbeitung

Technische Parameter der Verarbeitungsmodulare

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

Ausrüstung

- Injection 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

Pilotanlagenzentrum Schkopau
Pilot Plant Center Schkopau

Dr. Mathias Hahn
Telefon: +49 (0) 331 / 5 68-1320
Fax: +49 (0) 331 / 5 68-3000
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

Michael Busch
Telefon: +49 (0) 34 61 / 25 98-310
michael.busch@iap.fraunhofer.de

Material- und anlagenspezifische Entwicklungen in den Verarbeitungslinien

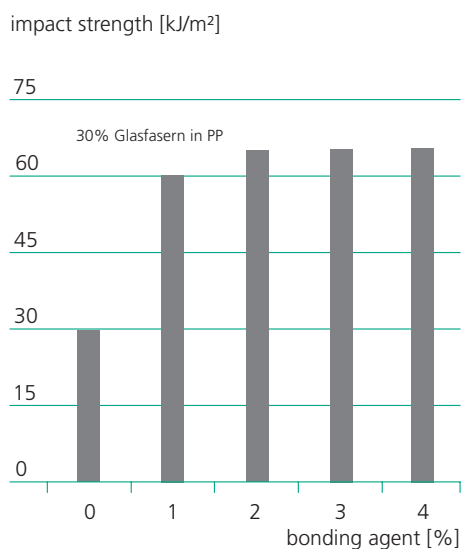
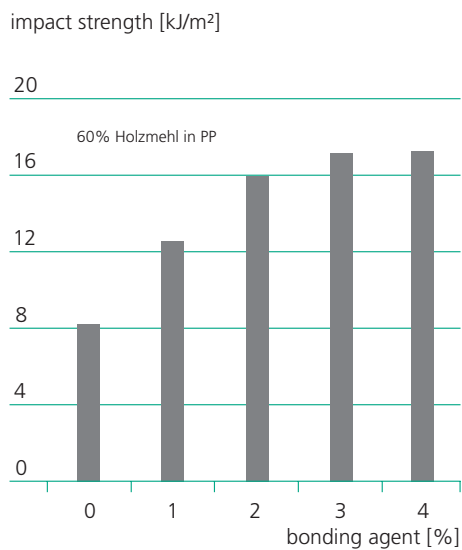


Fig. 1: Impact strength of polypropylenes filled with wood flour (60 % w/w) and glass fibers (30 % w/w) and different contents of adhesion promoter.

Im Bereich Polymerverarbeitung stand im Jahr 2006 ein Forschungsprojekt mit den Firmen Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH und Berstorff GmbH im Mittelpunkt, darüber hinaus wurden eine Reihe kleinerer Entwicklungsaufträge mit diversen Unternehmen bearbeitet.

Im Rahmen dieses Forschungsprojekts wurden Untersuchungen zur Schneckenoptimierung für die Compoundierung von Naturfasern, geschnittenen Glasfasern und Cellulose regeneratfasern durchgeführt. Auch der Verarbeitungseinfluss beim Spritzgießen der compoundierten Materialien auf die Faserlängen und die mechanischen Kennwerte wurde systematisch untersucht. Die Spritzguss-Untersuchungen erfolgten einerseits auf einer konventionellen Spritzgussanlage mit vorgelegtem Compoundierschritt (Zweischritt-Verarbeitung) – andererseits wurden die Untersuchungen auf einem Spritzgießcompounder (IMC, injection molding compounder) durchgeführt, bei dem die beiden Schritte Compoundierung und Spritzguss in einem einzigen technologischen Schritt erfolgen (Einschritt- oder Direktverarbeitung). Ein wesentlicher Teil unserer Arbeiten an der IMC, bei der kein Zwischenprodukt »Granulat« anfällt, umfasste die Entwicklung einer Bewertungsmethodik zur Identifikation und Bestimmung geeigneter Prozess- und Materialkennwerte zur Qualitätsbewertung und -sicherung.

An mit Holzmehl und Glasfasern gefülltem Polypropylen wurde der Einfluss des Haftvermittlers auf die Schlagzähigkeit untersucht. Als Haftvermittler wurde ein MSA gepfropftes PP vom Typ Scona der Firma Kometra mit einem MSA-Gehalt von etwa 1,5 Prozent verwendet, das mittels Fest-

phasenpfropfung hergestellt wurde. Die Schlagzähigkeiten wurden an Prüfkörpern ermittelt, die an der IMC spritzgegossenen Platten entnommen wurden. Die maximalen Werte für die Schlagzähigkeit wurden für Glasfasern (30 Ma%) bereits ab etwa 1 Prozent Haftvermittler und für Holzmehl (60 Ma%) ab etwa 3 Prozent Haftvermittler erreicht (Fig. 1).

Die Entwicklungsarbeiten mit diversen Unternehmen erstreckten sich unter anderem auf die Herstellung von Langglasfaser-verstärkten Musterbauteilen aus PP mittels Spritzguss-Direktverarbeitung und dem Vergleich der erzielten Kennwerte mit denen aus einem Stäbchengranulat. Des Weiteren wurden die Substitution von PP durch PA in einem vorgegebenen Werkzeug sowie die Herstellung von Musterteilen mit der IMC aus einem Material möglichst hoher Dichte – erreicht durch die Einarbeitung von schwerem Füllmaterial in den Kunststoff – untersucht. Auch die Einarbeitung von Kohlefasern in Hochtemperatur-Thermoplaste sowie die Optimierung der Schneckenkonfiguration für die Compoundierung von mit Naturfasern gefülltem PLA wurden studiert.

Parallel zur Bearbeitung der vorgenannten Projekte erfolgte die Weiterentwicklung spezifischer Anlagenkomponenten. Hierunter fallen insbesondere die Entwicklung der Dosier- und Fördertechnologie zum Eintrag von Fasern geringer Schüttdichte in den Extruder, Arbeiten zur Entwicklung eines Online-Rheometers zur Bestimmung der Scherviskositäten bei der Verarbeitung am Spritzgießcompounder sowie die Integration und Erprobung der Optifoam-Verschäumtechnologie in den Spritzgießcompounder IMC.

Material and plant-specific developments in processing lines

In the area of polymer processing in 2006, the Fraunhofer IAP was primarily involved in a research project with Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH and Berstorff GmbH but also participated in a number of smaller development projects with various companies. In this research project, our aim was to optimize screw design for compounding natural fibers, chopped glass fibers and regenerated cellulose fibers. In addition, we conducted systematic investigations into the effect of processing conditions during injection molding of the compounded materials on fiber length and mechanical properties. The injection molding studies were carried out on a conventional injection molding machine with an upstream compounding unit (two-step processing) and on an injection molding compounder (IMC). In the latter technology, two steps – compounding and injection molding – are combined into one (one-step or direct processing). Consequently, there is no intermediate product, i.e. pellets. A significant part of the work with the IMC was to develop an evaluation method for identifying and analyzing process and material characteristics to ensure high product quality. On polypropylenes filled with wood flour and glass fibers, the influence of the adhesion promoter on impact strength was tested. An MSA-grafted PP (type Scona from Kometra) was used as the adhesion promoter. It was produced by solid-phase grafting and had an MSA content of about 1.5 percent. Impact strength was determined on test specimens taken from plaques injection molded on the IMC. With glass fibers (30% w/w), the maximum impact strength values were reached at about 1 percent adhesion promoter and with wood flour (60 % w/w) at around 3 percent adhesion promoter (Fig. 1).

Our development work with various other companies focused on producing long-fiber-reinforced sample components from PP by direct injection molding and comparing their characteristics with those of components produced from rod-shaped pellets. In addition, we examined the effect of replacing PP by PA in combination with the use of a special tool. We also experimented with IMC production of sample components from a high-density plastic material obtained by adding a heavy filler. Further studies were concerned with incorporating carbon fibers in high-temperature thermoplastics and optimizing screw configuration for compounding natural-fiber-filled PLA.

In the course of the above-mentioned projects, we carried out further development of specific plant components. These activities included, in particular, development of metering and conveying technology for feeding fibers with low bulk density into the extruder, work on an online rheometer for determining shear viscosity when processing materials on the injection molding compounder, and integrating and testing Optifoam technology in the IMC.

Kontakt Contact



Dr. Michael Busch
Telefon: +49 (0) 3461 / 2598-310
michael.busch@iap.fraunhofer.de

Dipl.-Ing. Peter Stache
Telefon: +49 (0) 3461 / 259-83 21
Fax: +49 (0) 3461 / 259-81 05
peter.stache@iap.fraunhofer.de

Dipl.-Ing. Jana Eckardt
Telefon: +49 (0) 345 / 558-94 33
Fax: +49 (0) 345 / 558-91 01
jana.eckardt@iwmmh.fraunhofer.de

Förderung Funding

Entwicklung extrudierbarer Composite auf der Basis von Hanfmehl, Technologieentwicklung für Spritzguss mit Hanffasercompounds (BMBF)
Entwicklung von Wood-Plastic Compositen als Substitut tropischer Hölzer (Investitionsbank Sachsen-Anhalt)

Kooperationen Cooperation

Fraunhofer IWMH,
Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH,
Berstorff GmbH

Capillary polymer offer

pioneers in polymers

pioneers in polymers

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

Namen, Daten, Ereignisse

Names, Data, Events

pioneers in polymers

pioneers in polymers

Laboraausstattung

Laboratory equipment

Wissenschaftliche Zusammenarbeit

Scientific cooperation

Ereignisse

Events

Graduierungsarbeiten

Theses

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

Patente

Patents

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 Molmassenfraktionierung
- Analytische Ultrazentrifugation
- Dampfdruckosmometer
- Membranosmometer
- Kryoskopie
- Automatische Verdünnungs-Viskosimeter
- Partikelcharakterisierung (Partikelgrößen-analyse, Zeta-Potenzial, Oberflächenladung)
- Tensiometer (Platte/Ring), Spinning drop Tensiometer
- Oszillationsrheologie (Speicher- und Verlust-modul, Netzwerk­bil­dung)
- Trübungsphotometer
- Elektrochemische Charakterisierung
- Biegeschwinger (partiell­es spezifisches Volumen, Polymerisationskinetik)

Struktur­ana­lyse von Lösungen und Festkörpern

- Röntgenbeugungsmethoden (Klein- und Weitwinkelstreuung)
- NMR-Spektrometer (400 und 500 MHz)
- FTIR-, UV-VIS- und Fluoreszenz-Dioden-Array-Spektrometer
- Fluoreszenz-Spektrometer (Spex Fluorolog)
- Elektronenmikroskop (TEM, REM, EDX)
- Rasterkraftmikroskop
- Fluoreszenzmikroskop mit CCD-Kamera
- Elektronenspektrometer zur chemischen Analyse (ESCA)
- Lichtmikroskop
- Automatisches Kontaktwinkelmesssystem
- Geräte zur thermischen Analyse
- Reaktionskalorimeter
- Schmelzindexbestimmung
- Messplatz zur Bestimmung von Porengrößen-verteilungen und Oberflächen poröser Festkörper
- Automatisches Wasserdampfsorptions-messgerät
- FT-Raman-Spektrometer

Ausführliche Informationen zu unserem umfangreichen Analytikangebot finden Sie unter:

www.polymer-analytik.de

Ausstattung

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

Kombinierte Messverfahren

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

Lasertechnik

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

Optische Messtechnik

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

Mechanische Prüfung

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

Polymersynthese und -derivatisierung

- Labor- und kleintechnische Apparaturen zur Polymersynthese durch Schmelzpolykondensation, Masse-, Emulsions- und Lösungspolymerization 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
- Elektrische Polarisierungs- und Bedampfungstechniken
- Sprüh- und Spin-coater

Polymerverarbeitung

- Verarbeitung von Polymeren und Polymerlösungen
- Einrichtungen zur kleintechnischen Herstellung und Verformung thermoplastischer Kunststoffe
- Nassspinntechnik für Viskose und Carbamat
- Lyocell-Technologie für Fasern und Folien
- Technika zur Herstellung dünner Polymerschichten
- Messextruder mit diversen Verformungswerkzeugen
- Technikums-Sprührockner
- Gefriertrocknungsanlagen
- Wirbelschichtrockner
- Jet-Kocher
- Mikrowellenreaktor
- Ultrafiltrationsanlagen (bis zu 15L)
- 5-Schicht-Flachfolien-Extruderanlage
- Berghofzellen zur Latexreinigung (bis zu 2L)

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)

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

You will find detailed information on our broad range of analytical methods and services at:

www.polymer-analysis.com

Equipment

- cleanroom (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
- 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

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
- electrical polarization and evaporation methods
- spray and spin coater

Polymer processing

- processing of polymers and polymer solutions
- equipment for pilot-scale production and extrusion of thermoplastics
- equipment for production and wet spinning of polymers from solution, particularly 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 (bis zu 15 L)
- 5-layer flat film extruder plant
- Berghof cells for latex cleaning (up to 2 L)

Wissenschaftliche Zusammenarbeit *Scientific cooperation*

Fraunhofer-Institute

Fraunhofer Institutes

Fraunhofer IAO
Institut für Arbeitsorganisation (Stuttgart)

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

Fraunhofer IFAM
Institut für Fertigungstechnik und Angewandte
Materialforschung, Klebtechnik und Ober-
flächen (Bremen)

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

Fraunhofer IME
Institut für Molekularbiologie und Angewandte
Ökologie (Aachen)

Fraunhofer IOF
Institut für Angewandte Optik und Fein-
mechanik (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 IZFP
Institut für Zerstörungsfreie Prüfverfahren
(Saarbrücken)

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

Fraunhofer FIRST
Institut für Rechnerarchitektur und Software-
technik (Berlin)

Universitäten in Deutschland

Universities in Germany

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

Freie Universität Berlin
Institut für Chemie

Humboldt Universität Berlin
Institut für Physik, Institut für Chemie

Phillips-Universität Marburg

Technische Universität Ilmenau

Technische Universität Darmstadt

Technische Universität Braunschweig
Institut für Technische Chemie

Ludwigs-Maximilian Universität München

Technische Universität München
Institut für Physik

Universität Würzburg

Universität Greifswald
Institut für Physik

Universität Potsdam
Institut für Physik, Institut für Chemie

Johannes Gutenberg-Universität Mainz
Institut für Organische Chemie

Hochschule Magdeburg
Institut für Pharmatechnik

Technische Universität Dresden
Institut für Holz- und Pflanzenchemie

Universitäten im Ausland

Foreign universities

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

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

TU Poznan
Faculty of Technical Physics
Poznan (Poland)

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

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

Moscow State University
Faculty of Chemistry
Moscow (Russia)

Ukraine Academy of Science
Institute of Physics
Kiew (Ukraine)

Academy of Science
Institute of Polymers
Sofia (Bulgaria)

TU Graz
Institute for Experimental Physics
Graz (Austria)

Joanneum Research
Graz (Austria)

University of Veterinary Medicine Vienna
Vienna (Austria)

Donau University Krems
Christian Doppler laboratory for specific
adsorption technologies in medicine,
Biomedical Technology
Krems (Austria)

University Neapoli Fredereico II
Institute of Physics
Neapoli (Italia)

University Calabria
Institute of Physics
Cosenza (Italia)

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

Tianjin University of Technology
Tianjin (China)

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

Andere Forschungseinrichtungen

Other research institutes

Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V.
Greiz, Deutschland

Firmenkooperationen

Cooperations with companies

DSM
Sittard-Geleen (Netherlands)
Konarka Technologies
Linz (Austria)

Arkema
Paris (France)

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)

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

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

Dr. S. Bruzzano

- Vorlesung »Makromolekulare Chemie« Technische Fachhochschule Berlin

Dr. H.-P. Fink

- Vorlesung »Cellulose« im Rahmen der Vorlesungsreihe »Biopolymere« Universität Potsdam

Dr. habil. Silvia Janietz

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

Prof. Dr. A. Laschewsky

- Vorlesung »Polymerchemie I und II« Universität Potsdam
- 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

- »Stimuli-responsive Polymers. Synthesis, Self-organization and Application« Universität Potsdam

Dr. Joachim Stumpe

- Vorlesung »Polymerphotochemie« Universität Potsdam

Ereignisse Events

Seminare und Tagungen

Seminars and meetings

»Innovationsforum Kunststoffverarbeitung«
Fraunhofer IAP/ PAZ, Schkopau
25.01.2006

Fraunhofer IAP & PTS Seminar
»Polymere Additive in der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von funktionalen Papieren« Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
22.-23.03.2006

Regionale Konferenz der OEA »Organic Electronics« Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
10.-11.05.2006

»Central European Chemical Network-Clustertreffen« Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
16.06.2006

CIMAT-Workshop »Photo-addressable polymers: Light as a tool – tools for light«
Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
06.10.2006

SID Mid Europe Chapter »Fall Meeting 2006«
Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
09.-10.10.2006

Kick-Off-Meeting zum Fundamentalthema
»Composition and Structure of Bioassemblies« innerhalb des »European Polysaccharide Network of Excellence«
Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
26.10.2006

»Meeting of European Polysaccharide Network of Excellence« Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
14.-16.09.2006

Symposium der ZukunftsAgentur Brandenburg GmbH und der Fraunhofer-Venture-Gruppe
»Aus der Forschung in den Markt – Chancen der wissenschaftlichen Verwertung am Wissensstandort Golm«
Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm
29.09.2006

Institutskolloquien

Institute colloquia

Prof. Dr. Michael R. Buchmeiser, Leibniz-Institut für Oberflächenmodifizierung e.V., Leipzig
»Forschung am Leibniz Institut für Oberflächenmodifizierung e.V. (IOM): Vom Katalysator zum Material«
08.02.2006

Prof. Voytek S. Gutowski, CSIRO, Melbourne (Australia) »Adhesion in cellulose-polyolefin based composites«
19.04.2006

Prof. Maciej Gazicki-Lipman, Technical University Łódź (Poland) »Parylene – the past, the present and the future«
19.05.2006

Prof. Allen Esker, Virginia Tech (USA)
»Heteropolysaccharide self-assembly onto model cellulose surfaces«
23.05.2006

A. Sezai Sarac, Istanbul Technical University (Turkey) »Electrocoating of conjugated polymers on carbon fiber & nanoscale surface characterizations«
12.07.2006

Prof. Francisco J. Baltá Calleja, Instituto de Estructura de la Materia, CSIC Madrid (Spain)
»Micromechanical properties of polymer materials and composites relating to Nanostructure and Morphology«
17.07.2006

Professor Wolfgang G. Glasser, Virginia Tech, Blacksburg, VA (USA)
»LIGNIN – Some questions about structure and bonding to cellulose«
17.10.2006

Prof. Dr. Andreas Lendlein, Institute of Polymer Research, GKSS Research Centre Geesthacht
»Actively moving polymers«
07.12.2006

Internationale Gäste

International guests

D. Dobrova
Universität für chemische Technologie und Metallurgie, Sofia (Bulgarien)
April 2005-März 2006

Mr. Tamaki
KAST, Kanagawa Academy of Science & Technology (Japan)
Februar 2006

Dr. Suzuki & Mr. Suzuki
Surftech (Japan)
Februar 2006

Mr. Harada
JASTEX (Japan)
Februar 2006

Mr. Tsutsumi & Mr. Ito
Koito-Seisakusho (Japan)
Februar 2006

Mr. Shouzu
Olympus (Japan)
Februar 2006

Mr. Otsuka
Osaka-Sumitomo-Cement (Japan)
Februar 2006

Dr. David Rais
Czech Academy of Science, Institute of Macromolecular Chemistry (Czech Republic)
März 2006

Prof. Dr. Stanislaw Nespurek
Czech Academy of Science, Institute of Macromolecular Chemistry (Czech Republic)
März 2006

Prof. Maciej Gazicki-Lipman
Technical University Łódź (Poland)
Mai 2006

Claire Barres
Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, INSA, (Frankreich)
Mai 2006

Dr. V. Gancheva
Akademie der Wissenschaften, Institut für Polymere, Sofia (Bulgarien)
August-September 2006

Dr. R. S. Whitehouse
Metabolix Inc., Cambridge (USA)
Oktober 2006

Masumura Masashi, Etsuo Nakagawa, Shizuo Murata, Kazutoshi Miyazawa, Ho-Sik Kim
Representatives of Chisso Corp. (Japan)
November 2006

Prof. A. Stanczyk and coworkers
Center of Molecular and Macromolecular Studies, Polish Academy of Sciences, Lodz (Poland)
November 2006

Dr. Tatjana Smirnova
Ukraine Academy of Science, Institute of Physics, Kiev (Ukraine)
November-Dezember 2006

Mrs. Hassiba Bensaid
University of Lille/CNRS, Lille (France)
Dezember 2006

Graduierungsarbeiten Theses

Inkjet printing of organic field effect transistors (OFETs)

*Björn Gruber,
Diploma thesis, FH Brandenburg*

In this work, the influence of a printing process on different characteristics of OFET structures is shown. Two different surface preparation methods were used and compared – printing and spin coating. The reason for using the printing process was to deposit polymers exactly in the source-drain channel. Studies of different polymer properties, such as rheology, were initially conducted. For the printing process, the Dimatix (USA) inkjet printer was used. The electrical characteristics of the OFETs were then determined.

Self-organization of azobenzene-containing, liquid crystalline polymers in photooriented layers

*Roland Hass,
Diploma thesis, University of Potsdam*

Optical anisotropic films based on functional polymers are of great interest for innovative products today. One approach towards producing such films is the two-step-process, which involves photoorientation of azobenzene-containing, liquid crystalline side-chain copolymers followed by thermal enhancement of the light-induced order. Such copolymers combine the advantage of low-cost synthesis with the possibility of incorporating many different functional side groups. Their mesogenic properties and the cooperativity of the ordering effects permit effective generation of optical anisotropy, not only with a low fraction of azobenzene chromophore but also with low values for light-induced dichroism.

The orientation mechanism is based on the photoisomerization of azobenzene chromophores by irradiation with appropriate polarized light, leading to photostationary equilibrium of both isomers. Using linearly polarized light, an angle-selective effect occurs, as the excitation probability depends on the angle between the E-field vector and transition dipole moment of chromophores. The dynamic equilibrium provides the temporal scale for rotational diffusion of the geometrically more favorable Z-isomers, whose position change causes an enrichment of the E-isomers perpendicular to the E-field vector of the incident light. The incorporation of rigid side chains strongly hinders photoorientation. In the case of the copolymers studied here, a dose 140 times higher is necessary to achieve similar levels of light-induced order, as compared with the corresponding azobenzene homopolymer. Furthermore, the possible overall anisotropy through photoorientation is highly dependent on the structure of the non-photochromic mesogenic side groups. It can be shown that high similarity in relation to the steric and polar properties of the mesogenic and azobenzene groups is best for fast and effective induction of anisotropy. The negative hindering effect of the incorporated mesogenic side group can be eliminated by thermotropic self-organization in the liquid crystalline phase. Even very low photoinduced anisotropy is sufficient for effective side chain rearrangement, establishing a prolate order with a significant increase in overall dichroism. This process of thermal enhancement is temperature-dependent. Contrary to conventional wisdom, higher temperatures clearly cause a higher degree of ordering in some polymers, although they remain in the same liquid crystalline phase. It was also found that, probably due to

interfacial and solvent interactions, a minimum critical enhancement temperature can be defined in some polymers.

These interactions also determine a minimum degree of light-induced order that can be successfully thermally enhanced. By optimizing both processes (induction and thermal enhancement), treatment times of 1 s and 15 s, respectively, are obtained, leading to dichroism values of 0.6 (easily increased to 0.8), which are stable for at least 100 days. This means that for the first time industrially interesting processing times in combination with high optical anisotropy values can be achieved with azobenzene-containing, liquid crystalline side-chain copolymers.

Synthesis and characterization of substituted carboxymethyl starch

*André Lehmann
Diploma thesis, University of Potsdam*

The goal of this work was to synthesize a starch-based thickener that could be used in surfactant systems. The surfactants used included an alkyl polyglycoside (Plantacare 1200UP®) and sodium laurylthethersulfate (Texapon NSO®). Both these surfactants have good biodegradability. From these two surfactants, 14 percent aqueous surfactant solutions were prepared. Modified starch was used as the thickener in concentrations of 0.5 to 2 percent. The surfactant systems containing the starch-based thickener were required to reach a viscosity of $\eta(\dot{\gamma} = 2.55 \text{ s}^{-1}) \sim 6000 \text{ mPas}$ with maximum transparency. Previous experiments with carboxymethyl starch as a thickener for these surfactant systems indicated that carboxymethyl starch with different degrees of substitution (DS)

Graduierungsarbeiten

Theses

could be used as thickener for the alkyl polyglycoside, Plantacare 1200UP® – a surfactant for which there had previously been no known thickener. The disadvantage of carboxymethyl starch as a thickener in this system is its low transparency. The addition of 0.5 percent carboxymethyl starch to the alkyl polyglycoside system resulted in a maximum transparency of ~ 10 percent. The modified starch was characterized by titration and ¹³C-NMR spectroscopy. The surfactant systems containing the starch-based thickener were analyzed by light scattering and viscosity measurements.

The carboxymethyl starch was further modified by 2-hydroxyalkyl substituents in order to create better interaction between the surfactant and the modified starch. The modifying compounds used were 1,2-epoxyoctane, 1,2-epoxydecane and 1,2-epoxydodecane.

In a first step, waxy maize starch was hydrophobically modified under homogeneous reaction conditions using the 1,2-epoxyalkanes. Then, hydrophilic modification was carried out under heterogeneous reaction conditions using chloroacetic acid.

Use of 0.5 percent of this modified starch as a thickener for Plantacare 1200UP® showed that, despite the similar DS values of the hydrophobic and hydrophilic substituents, transparency increased with increasing alkyl chain length of the 2-hydroxyalkyl substituents, while at the same time viscosity remained at around 6000 mPas. The use of 0.5 percent of 2-hydroxydodecylcarboxymethyl starch enhanced the transparency of the alkyl polyglycoside system by up to 75 percent. The viscosity and transparency of the surfactant systems can be controlled by precise substitution of the hydrophobic and hydrophilic functional groups.

Light-induced orientation processes in azobenzene polymers

Thomas Fischer

Doctoral thesis, University of Potsdam

Modification of optical characteristics by irradiation provides a basis for the creation of anisotropic optical components. In thin films of azobenzene polymers, optical anisotropy can be induced or modified by linearly polarized irradiation. The goal of this work was to determine the essential structure-property relationships in the photoorientation process to facilitate optimization of these materials for different applications.

In isotropic films of liquid crystalline and amorphous azobenzene polymers, the induced optical anisotropy can be increased by a donor/acceptor substitution in the 4,4'-position. The induction speed is clearly lower in films of liquid crystalline polymers but higher birefringence and dichroism values can be achieved. In copolymers, the photoorientation of the azobenzene side groups causes a cooperative orientation of form-anisotropic side groups. The mesogenicity of the non-photochromic side groups increases the extent of the induced optical anisotropy. The stability of the induced birefringence and dichroism is considerably improved by these groups. In films of liquid crystalline polymers, the induced optical anisotropy is substantially enhanced by annealing within the range of the mesophases. With this method, a small ratio of induced anisotropy is sufficient to obtain birefringence and dichroism values typical of LC domains.

In oriented films of azobenzene polymers, the result of the linearly polarized irradiation is determined by the strength of the anisotropic interactions in the liquid crystalline domains or the LB multilayers. Light-induced reorienta-

tion can only be achieved if these interactions can be overcome. If photoreorientation takes place in the oriented layers of copolymers, form-anisotropic side groups are also cooperatively reoriented. Initial UV irradiation can greatly weaken the anisotropic interactions by generating a high fraction of non-mesogenic z-isomers and so decouple the side groups. From this state, photoreorientation proceeds with an efficiency comparable to that in isotropic films. The structure-property relationships determined in this work make a useful contribution towards optimizing these materials for application in the areas of optical functional films, holographic data storage and the fabrication of surface relief gratings.

Novel amphiphilic diblock copolymers by RAFT polymerization, their self-organization and surfactant properties

Sébastien Garnier

Doctoral thesis, University of Potsdam

Reversible addition-fragmentation chain transfer (RAFT) with the new agent, benzyldithiophenyl acetate, is used to synthesize new amphiphilic diblock copolymers. These comprise poly(butyl acrylate) as the hydrophobic block and six different hydrophilic blocks with various polarities, namely a series of non-ionic, non-ionic comb-like, anionic and cationic blocks. The controlled character of the polymerizations results in a linear increase in molar mass with conversion, low polydispersity and high end-group functionalization.

The amphiphilic diblock copolymers form micelles in water, whose size and geometry are highly dependent

on the particular composition of the copolymer. Micellization is thermodynamically favored owing to the high incompatibility of the blocks (strong or super-strong segregation limit). Unimer exchange seems to occur between the micelles but aggregation behavior greatly depends on the history of the sample. The aqueous micelles exhibit high stability to temperature cycles. Their exceptional stability on dilution indicates very low or zero CMC values. All non-ionic copolymers with sufficiently long solvophobic blocks aggregate into direct micelles in DMSO as well. The diblock copolymers are weakly surface-active and their surface properties at the air/water interface confer anti-foaming properties. The macro-surfactants synthesized are also surface-active at the interface between two liquid phases, since they are able to stabilize emulsions. The polymeric micelles additionally have a high capacity to solubilize hydrophobic substances in water.

Synthesis and properties of supramolecular polyphilic block mesogens

Alexandra Kohlmeier
Doctoral thesis, University of Potsdam

New amino-substituted 1,3,5-triazines bearing either lipophilic alkoxy chains or semi-perfluorinated molecular segments were synthesized. The thermotropic phase behavior of the pure compounds was investigated. The mesophase morphologies of the triazines can be further tailored by hydrogen bonding with complementary partially fluorinated benzoic acids. Columnar liquid crystalline phases with various two-dimensional lattice types as well as cubic phases were found for the binary

mixed systems, depending on the volume fractions of chemically incompatible molecular fragments which separate in different sub-spaces.

Liquid crystallinity and alignment of ionic self-assembly complexes

Yuriy Zakrevskyy
Doctoral thesis, University of Potsdam

The construction of materials through self-assembly and self-organization processes, in which molecules associate spontaneously into ordered aggregates as a result of non-covalent interactions and/or entropic factors, is becoming one of the primary frontiers of materials research. To develop these materials, various strategies, such as H-bonding, metal coordination, charge-assisted H-bonding and – more recently – ionic self-assembly have been used. Many of these activities are directed towards creating supramolecular liquid crystals. Manipulation of the macroscopic order of films is one of the major goals of all these approaches.

In this work, the first observation of a new type of liquid crystal is presented: ionic self-assembly (ISA) liquid crystals are formed by the introduction of oppositely charged ions between different low-molecular-weight tectonic units. The aim of this work is to investigate the liquid crystalline and alignment properties of these materials. The investigations started with the simplest »model« ISA complex in which the benzene ring with six ionic peripheral groups is complexed with six oppositely charged surfactants. It was found that ionic interactions within complexes play the main role. The presence of these interactions restricts transition to the isotropic phase. No transition to the isotropic phase was observed in any of

the complexes investigated. In addition, these interactions hold the system like a network, allowing crystallization in single domains from the aligned LC state. Alignment of these simple ISA complexes was spontaneous. The functionalized perylene-diimide-based ISA complexes exist in columnar LC phases and the presence of p-p* interactions between functional tectons complicates their alignment properties. The best macroscopic alignment results were obtained by the zone-casting method. In the aligned films, the columns of the complex align perpendicularly to the phase-transition front. The anisotropy obtained (DR = 18) is thermally stable, which makes these complexes attractive for application as dichroic polarizers. The photosensitive (azobenzene-based) ISA complexes that were studied show formation of columnar LC phases. It was demonstrated that photoalignment of such complexes was very effective (DR = 50). It was also shown that photo-reorientation in the photosensitive ISA complexes is a cooperative process connected with the reorientation of domains. Under irradiation with linearly polarized light, domains reorient in the plane of the film leading to macroscopic alignment of columns parallel to the light polarization. To show the potential applicability of the photosensitive ISA complexes, reorientation of the macroscopically aligned structure and induction of volume-phase gratings were demonstrated.

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

Poster

Posters

Ö. Akdemir, S. Üzgün, C. Rudolph, J.-F. Lutz: »Synthesis of well-defined PEGylated copolymers and their application as carriers for non-viral gene delivery«, Polydays, Berlin, Germany 2006

J. Bohrisch, A. Zimmermann: »Amino starches as pH-sensitive surface coatings: Synthesis and application« Polyelectrolytes, Dresden, 04.–08.09.2006

J. Bohrisch, M. Hahn, A. Laschewsky, J. Storsberg, A. Mädler, M. Stoll: »New thermo-sensitive solvent containers: Synthesis and application« Polymers & Coatings, Mainz, 24.–26.09.2006

J. Buchs, H. Sawade, D. Janietz: »The generation of polarised fluorescence by fluorescent nematic liquid crystals based on bis-vinyl units« 34. Arbeitstagung Flüssigkristalle, Freiburg, 29.–31.03.2006

J. Buchs, D. Janietz, H. Sawade: »The generation of polarised fluorescence by fluorescent nematic liquid crystals based on bis-vinyl units« 21st International Liquid Crystal Conference (ILCC 2006), Keystone (Colorado, USA) 02.–07.07.2006

A. J. Chatten, D. J. Farrell, B. F. Buxton, A. Büchtemann, K. W. J. Barnham: »Thermodynamic modelling of luminescent solar concentrators and modules« 21st European Photovoltaic Solar Energy Conference, Dresden, 04.–08.09.2006

D. J. Farrell, A. J. Chatten, A. Büchtemann, K. W. J. Barnham: »Fabrication, characterisation and modelling of quantum dot solar concentrator stacks« 4th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion (WCPEC-4), Hawaii, 07.–12.05.2006

O. García, I. Rodríguez-Maribona, A. Laschewsky, A. Dworak, D. Hoffmann, Y. Vanhellemont, C. Giavarini, J. Strupi Suput, H. Boron, M. P. Revilla, B. Brea: »Development of a new anti-graffiti system, based on traditional concepts, preventing damage of architectural heritage materials« 7th European Conference SAUVEUR - Safeguarded Cultural Heritage, Prague (Czech Republic), 31.05.–03.06.2006

E. Görnitz, B.-R. Paulke: »Density gradient studies of polymer colloids« 15th International Symposium on Analytical Ultracentrifugation, London (GB) 06.–07.04.2006

D. Janietz, A. Kohlmeier: »Tailoring mesophase morphologies by molecular recognition and fluorophobic effects« 21st International Liquid Crystal Conference (ILCC 2006), Keystone (Colorado, USA) 02.–07.07.2006

S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom: »New concepts for the development of active functional polymers for p and n-type OFET-applications« MRS- fall Meeting, Boston (USA) 27.11.–01.12.2006

A. Kohlmeier, D. Janietz: »Double and triple hydrogen bonding of semiperfluorinated 2,4-diamino-6-Phenyl-1,3,5- triazines with complementary components« 34. Arbeitstagung Flüssigkristalle, Freiburg, 29.–31.03.2006

A. Kohlmeier, D. Janietz: »Mesomorphic hydrogen-bonded complexes of complementary semiperfluorinated components« 21st International Liquid Crystal Conference (ILCC 2006), Keystone (Colorado, USA) 02.–07.07.2006

J. Kristen, A. Laschewsky, K. Skrabania, J. Storsberg: »Synthesis of thermoresponsive amphiphilic block copolymers by controlled free radical polymerization, and their self-organization in aqueous media« Polydays 2006, Berlin, 04.–06.10.2006

H. Krüger, M. Thesen, S. Janietz, B. Fischer: »Synthesis of triblockcopolymers with n- and p-type semiconducting sequences and their photovoltaic behavior« TPE 06, Rudolstadt, 16.–18.05.2006

J.-F. Lutz, Ö. Akdemir, A. Hoth, S. Kubowicz, A. Laschewsky, R. Nehring, S. Pfeifer, D. Schütt, A. F. Thünemann, K. Weichenhan: »Solution self-assembly of tailor-made polymeric building-blocks designed by controlled radical polymerization techniques« Makromolekulares Kolloquium Freiburg, Freiburg, 23.–25.02.2006

J.-F. Lutz: »New perspectives in PEGylation: controlled radical polymerization of oligo(ethylene glycol) methacrylates« PolyPharma, Halle, Germany 2006
D. Sainova, S. Janietz, U. Asawapirom: »Improved environmental stability of acceptor-containing poly(3-hexylthiophene)« Polydays, Berlin, 04.–06.10.2006

D. Sainova, S. Janietz, U. Asawapirom, L. Romaner, N. Koch: »Improvement of the ambient stability of field effect transistors based on poly(3-hexylthiophene) by molecular design modification« DPG Tagung, Dresden, 13.03.–17.03.2006

N. Sieverling, A. Lieske, M. Hahn: »Synthesis of granular polymeric flocculants by means of high-viscosity technology« 19th International Symposium on Chemical Reaction Engineering (ISCRE 19), Potsdam, 03.–06.09.2006

K. Skrabania, J. Kristen, A. Laschewsky, M. Mertoglu, J. Storsberg: »Synthese und Selbstorganisation mehrfach schaltbarer amphiphiler Blockcopolymere« Makromolekulares Kolloquium Freiburg, Freiburg, 23.–25.02.2006

K. Skrabania, J. Kristen, A. Laschewsky: »Synthesis of multiresponsive amphiphilic block copolymers« Tag der Chemie, Berlin, 28.06.2006

J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky, W. Müller-Lierheim: »Functional high performance polymers for ophthalmic implants« Tagung Polymer & Coatings 2006, Mainz, 24.–26.09.2006

W. Vorwerk, K. Hettrich, S. Radosta, K.-L. Woll: »Herstellung und Anwendung hydrophober Stärke in der Oberflächenleimung« PTS-CHT Symposium Chemische Technologie der Papierherstellung, München, 12.–15.09.2006

J. Wagner, B. Sapich, E. Görnitz, J. Stumpe: »Optical properties of 3D diffraction gratings prepared by colloidal self-assembly of large polymer particles« Polydays, Berlin, 04.–06.10.2006

L. Wattebled, A. Laschewsky: »Relations structure - propriétés chez les tensio-actifs oligomères et synergie avec divers additifs« Club Emulsion, ISIS, Strasbourg (Frankreich) 18.–19.09.2006

J. E. Wong, A. Laschewsky, C. B. Müller, W. Richtering: »Tailoring surface properties of thermoresponsive microgel with natural polyelectrolytes« 6th International Symposium on Polyelectrolytes, Dresden, 04.–08.09.2006

Vorträge

Lectures

A. Büchtemann, J. Quilitz, R. Danz: »Report on IAP contribution to project undergroup »Molecular Based Concepts« (months 25-31) FULLSPECTRUM: A new PV wave making more efficient use of the solar spectrum; EU-Project Meeting, Dublin (Irland), 08.–09.06.2006

J. Bohrisch: »Umhüllungsmaterialien auf Stärkebasis« Abschlusstreffen Stärkeverbund II, Potsdam-Golm, 08.–09.03.2006

S. Bruzzano, A. Lieske, S. Garnier, N. Sieverling, J. Storsberg, L. Wattebled: »Funktionsmaterialien auf Basis von polymeren Initiatoren« Fraunhofer & PTS-Seminar »Polymere Additive in der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von funktionalen Papieren« Potsdam, 22.–23.03.2006

- H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus: »Cellulose meltblown nonwovens based on the Lyocell process« 7th Int. Symp. »Alternative Cellulose- Manufacturing, Forming, Properties« Rudolstadt, 06.–07.09.2006
- G. Engelmann, M. Jobmann, I. Bechthold: »Chemical modification of starch and dextrans and polymerization of lactic acid« 12th International conference for renewable resources and plant biotechnology-Narossa 2006, 13.06.2006
- G. Engelmann, G. Rafler: »Nanocomposites based on polyesters and polyamide manufactured by in-situ or ex-situ methods«, Nano-Europe 2006, 2. International Conference of nanoregulation, St. Gallen/CH, 13.09.2006
- H.-P. Fink, S. Fischer: »Cellulose – unerschöpfliches Biopolymer mit neuen Perspektiven« Kolloquiumsvortrag, BASF Kompetenzzentrum Polymerforschung, Ludwigshafen, 10.02.2006
- H.-P. Fink, J. Ganster: »Novel commodity composites with man-made cellulose fibers« Proceedings of the 6th Global Wood and Natural Fibre Composites Symp., Kassel, 05.–06.04.2006
- H.-P. Fink: »Neue thermoplastische Verbundmaterialien mit Cellulose regeneratfasern« Kolloquiumsvortrag, Universität Hamburg, Inst. Holzforschung, BFH, Hamburg, 27.04.2006
- H.-P. Fink: »Cellulose – unerschöpfliches Biopolymer mit neuen Perspektiven« Kolloquiumsvortrag, Wacker Polymers Systems GmbH & Co. KG, Burghausen, 20.06.2006
- H.-P. Fink, J. Ganster: »Neue Thermoplastische Verbundmaterialien aus Commodity-Polymeren und Cellulose regeneratfasern« Zellcheming Jahrestagung, Cellulosesymposium zum Thema »Neue Celluloseprodukte und Verbundmaterialien«, Wiesbaden, 26.06.2006
- H.-P. Fink, H. Ebeling, R. Rihm: »Fibre formation from liquid crystalline solutions of cellulose carbamate in N-methylmorpholine-N-Oxide« 7th Int. Symp. »Alternative Cellulose- Manufacturing, Forming, Properties«, Rudolstadt, 06.–07.09.2006
- H.-P. Fink, A. Ebert: »Natural Polymers« Bio-refinica 2006, Int. Symp. on Biobased Products and Biorefineries, Osnabrück, 11.–12.10.2006
- U. Funke, A. Ebert: »Einsatz und Entwicklung von Stärkederivaten als Phasenvermittler im Kunststoffbereich« Abschlusstreffen Stärkeverband II, Potsdam-Golm, 08.–09.03.2006
- J. Ganster, H.-P. Fink: »Neue thermoplastische Verbundmaterialien mit Cellulose-Spinnfasern« Innovationsforum »Kunststoffverarbeitung - neue Anwendungsgebiete - innovative Produkte und Technologien«, Schkopau, 25.–26.01.2006
- K. Hettrich, S. Fischer: »Chemical modification of xylan from oat spelts« Biomass-derived pentoses: from Biotechnology to fine chemistry, Reims (France), 22.–25.10.2006
- K. Hettrich, S. Radosta, W. Vorwerg: »Entwicklung wasserstabiler Stärkederivate« Abschlusstreffen Stärkeverband II, Potsdam-Golm, 08.–09.03.2006
- A. Holländer: »Oberflächenchemie an Polymeren – Anwendungen und Analytik« Instituts-kolloquium des Instituts für Oberflächenmodifizierung, Leipzig, 13.07.2006
- A. Holländer, S. Kröpke, E. Ehrentreich-Förster: »Structured R2R functionalization of polymer film surfaces by a Xenon excimer lamp« 10th International Conference on Plasma Surface Engineering, Garmisch-Partenkirchen, 11.–15.09.2006
- S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom, A. Wedel: »Significant improvement of the ambience stability of OFETs based on poly(3-hexylthiophene) by molecular design modification« OEA Meeting, Potsdam-Golm, 10.–11.05.2006
- S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom, A. Wedel: »Development of active functional polymers for p and n-type OFET-applications« TPE 06, Rudolstadt, 16.–18.05.2006
- S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom: »Significant improvement of the ambience stability of OFETs based on poly(3-hexylthiophene) by molecular design modification« E-MRS Spring Meeting, Nice (Frankreich), 29.05.–02.06.2006
- S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom: »Development of active functional polymers for p and n-type OFET- applications« Symposium lasi (Romania and University of Potsdam), Potsdam, 03.–08.10.2006
- S. Janietz, H. Krüger, M. Thesen, B. Fischer, A. Wedel: »Phosphorescent-, hole- and electron- transport- molecules fixed on an inert polymer backbone for application in light emitting devices« MRS-Fall-Meeting, Boston (USA), 27.11.–01.12.2006
- M. A. Khan, J. Ganster, R. Rihm, H.-P. Fink: »Effect of fire retardants on the performance of jute and rayon reinforced polypropylene composites« Proceedings of the 6th Global Wood and Natural Fibre Composites Symp., Kassel, 05.–06.04.2006
- A. Kohlmeier, D. Janietz: »Tailoring mesophase morphologies by molecular recognition and fluophobic effect« 34. Arbeitstagung Flüssigkristalle, Freiburg, 29.–31.03.2006
- H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, M. Thesen, B. Fischer: »Polymer matrix based phosphorescent emitters« TPE 06, Rudolstadt, 16.–18.05.2006
- H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, M. Thesen, B. Fischer: »Polymer matrix based phosphorescent emitters« ICSM Dublin, Dublin (Irland), 02.–07.07.2006
- H. Krüger, S. Janietz, A. Wedel, M. Thesen, B. Fischer: »Phosphorescent-emitting systems attached to a non-conjugated polymer backbone for application in light emitting devices« SID-ME Chapter Fall Meeting, Potsdam, 09.–10.10.2006
- S. Kudaibergenov, Z. Ibraeva, L. Bimendina, W. Jaeger, M. Hahn, A. Laschewsky, F. Rullens, M. Devillers: »Synthesis, characterization and application of allylamine based polyampholytes« 6th International Symposium on Polyelectrolytes, Dresden, 04.–08.09.2006
- L. Sloof, A. Büchtemann, R. Danz, J. Quilitz: »FULLSPECTRUM: A new PV wave making more efficient use of the solar spectrum« Annual report of workpackage »Molecular based devices« 3rd Annual EU-Project Meeting, Limassol (Cyprus), 14.–16.11.2006
- A. Laschewsky: »Tailor-made macrosurfactants by controlled radical polymerization« Forschungszentrum Jülich, Jülich, 19.01.2006
- A. Laschewsky: »Strategies to complex macromolecules by free radical polymerization« Université Louis Pasteur, Strasbourg (France), 22.02.2006
- A. Laschewsky: »Ionic liquids as new media for chemical reactions, as exemplified by free radical polymerization« Université Catholique de Louvain, Louvain-la-Neuve (Belgium), 01.03.2006
- A. Laschewsky, J. Kristen, K. Skrabania, J. Storsberg: »Designing functional macrosurfactants via triblock tercopolymers« 231th ACS National Meeting, Atlanta (Georgia, USA), 26.–31.03.2006
- A. Laschewsky, S. Garnier, J. Kristen, M. Mertoglu, K. Skrabania, J.-F. Lutz: »Comb-like polymeric surfactants by combining block and graft copolymer architectures« 231th ACS National Meeting, Atlanta (Georgia, USA), 26.–31.03.2006
- A. Laschewsky, J. Kristen, M. Mertoglu, K. Skrabania, J. Storsberg: »Synthesis of block copolymer ionomers by controlled free radical polymerization, and their self-assembly in aqueous media« 6th International Symposium on Polyelectrolytes, Dresden, 04.–08.09.2006

Präsentationen und Publikationen

Presentations and publications

- A. Laschewsky: »Controlling the self-organization of poly(zwitterion)s by the interaction with low molar mass salts: Pathways toward advanced materials« European Science Foundation Exploratory Workshop »Ch@ins: the limits of neutrality« Compiègne (France), 14.–17.09.2006
- A. Laschewsky: »Ternary block copolymers via controlled radical polymerization: New structures with unusual properties« Polymerwerkstoffe 2006, Halle/Saale, 27.–29.09.2006
- A. Laschewsky: »Amphiphilic block copolymers by controlled free radical polymerization, and their self-assembly in aqueous media« Cognis Deutschland GmbH und Co KG, Düsseldorf, 08.12.2006
- A. Lieske, M. Hahn: »Poly-DADMAC with high molecular weights – Synthesis and use as flocculant« Polyelectrolytes, Dresden, 04.–08.09.2006
- J.-F. Lutz, J. Kristen, K. Skrabania, A. Laschewsky: »Synthetic strategies for preparing multi-compartment micelles« 232th ACS National Meeting, San Francisco (California, USA), 10.–14.09.2006
- S. Radosta, W. Vorweg, M. Ulbrich: »Kationische Stärke für den Masseinsatz – Molekulare Charakterisierung« Abschlusstreffen zum Stärkeverbund II, Potsdam-Golm, 08.–09.03.2006
- S. Radosta, W. Vorweg, B. Kiessler: »Einfluss produktimmanenter und verfahrenstechnischer Parameter beim Aufschluss und bei der Verarbeitung von Stärke für die Herstellung von oberflächengeleimtem Papier und Karton unter besonderer Berücksichtigung der Faktoren Lagerstabilität, Retrogradation und Penetrationsverhalten« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- S. Radosta, E. Möller: »Verbesserung spezifischer Festigkeitseigenschaften von Papieren aus Primärfaserstoffen durch Erhöhung des Stärkeanteils in der Masse« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- S. Radosta, W. Vorweg, E. Möller: »Optimierung der Prozessbedingungen beim Sprühen von Kartoffel- und Getreidestärken« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- S. Radosta, E. Möller, W. Vorweg: »Erhöhung des Einsatzes von Stärke im Strich beim Sprühen von Kartoffel- und Getreidestärken« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- S. Radosta, R. Gericke, W. Vorweg: »Erhöhung des Einsatzes von Stärke im Strich bei Papieren für den Offsetdruck durch Teilersatz synthetischer Additive« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- S. Radosta, M. Ulbrich, W. Vorweg: »Investigation of the Interaction between cationic starches and cellulose fibers« Stärkereichsausschusssitzung, Groningen (Netherlands), 26.–27.09.2006
- R. Ruhmann, D. Löttsch, A. Klukowska, A. Seeboth: »Polymer materials with thermochromic properties« Polymerwerkstoffe 2006, Halle/Saale, 27.–29.09.2006
- A. Seeboth, R. Ruhmann, D. Löttsch: »Thermochromic polymer materials« 232nd ACS National Meeting, San Francisco, (California, USA), 10.–14.09.2006
- J. Storsberg: »Synthese und Architektur von wässrigen Polymersystemen« Seminar »Polymere Additive in der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von funktionalen Papieren«, Gemeinsame Veranstaltung der Papiertechnischen Stiftung (PTS) und des Fraunhofer IAP, 22.–23.03.2006
- J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky: »Neue Hochleistungspolymere mit hohem Brechungsindex für ophthalmologische Implantate« 19. Kongress der Deutschen Ophthalmochirurgen, Nürnberg, 25.–28.05.2006
- J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky: »MIRO-EU- Forschungsprojekt zur Entwicklung der nächsten Generation mikroinvasiver Intraokularlinsen« Praxisseminar 19. Kongress der Deutschen Ophthalmochirurgen, Nürnberg, 27.05.2006
- J. Storsberg: »Advanced materials via nanotechnology: Small structures with big impact« http://www.invest-in-germany.de/upload_files/20061114105901_Japan_Englisch.pdf Invest-in-Germany, Japan Roadshow, Tokyo & Osaka (Japan), 13.–15.11.2006
- V. Strehmel, H. Wetzel, A. Laschewsky: »Free radical copolymerization of methacrylates of strongly differing polarity in imidazolium based ionic liquids« Polydays 2006, Berlin, 04.–06.10.2006
- M. Ulbrich: »Interaction of cationic starch derivatives with cellulose fibers« EPNOE-Meeting, Workshop zum WP3, Lodz (Polen), 05.–08.04.2006
- M. Ulbrich, S. Radosta, W. Vorweg: »Wechselwirkung kationischer Stärken aus unterschiedlichen Herstellungsverfahren mit Cellulosefasern« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- M. Ulbrich, S. Radosta, W. Vorweg: »Untersuchungen zu Wechselwirkungen kationischer Stärken mit Cellulosefasern« Firmenseminar der Zuckerforschung Tulln, Tulln (Österreich), 20.10.2006
- B. Volkert, C. Fanter, W. Wagenknecht, R. Leibnitz: »Morphological modification of starch - New separating and carrier materials« 57. Starch Convention, Detmold, 26.–28.04.2006
- B. Volkert: »Phosphatgruppenhaltige Stärkepolyelektrolyte für neue Anwendungen« Abschlusstreffen Stärkeverbund II, Potsdam-Golm, 08.–09.03.2006
- W. Vorweg, S. Radosta: »Analytik von Stein-Hall-Klebstoffen und Wellpappenklebungen« 1. Verbundtreffen »Papier-Stärke-Verbund«, Hoya / Bücken, 10.–11.05.2006
- W. Vorweg: »Starch in biomaterials« EPOBIO WORKSHOP, Wageningen, 22.–24.05.2006
- W. Vorweg, S. Radosta, M. Ulbrich, K. Hettrich: »Optimierung der Struktur der Stärke für verschiedene Applikationen« Kuratoriumssitzung am Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm, 28.06.2006
- W. Vorweg, S. Radosta: »Characterization and modification of starch« Institut für Chemie, Graz (Österreich), 02.09.2006
- W. Vorweg, S. Radosta: »Characterization and modification of starch« Solvay, Brüssel (Belgien), 11.09.2006
- W. Vorweg, S. Radosta: »Angewandte Polymerforschung für Getreideinhaltsstoffe« Innovationsforum »Biopolymere aus Getreidemehl für die papierverarbeitende und -veredelnde Industrie«, Rostock, 10.–11.10.2006
- L. Wattebled, A. Laschewsky: »Oligomeric surfactants as novel amphiphiles: Structure-property relationships and modification by additives« 3. Zsigmondy-Kolloquium, TU Berlin, Berlin, 06.–07.04.2006
- L. Wattebled, C. Note, A. Laschewsky: »Structure-property relationships of »gemini« surfactants and synergism with hydrotropes« 53. Sepawa Kongress mit European Detergents Conference, Würzburg, 11.–13.10.2006
- A. Wedel, S. Janietz, H. Krüger, M. Thesen, B. Fischer: »Influence of hole and electron transport material and device configuration on the properties of polymer based triplet emitter systems« Organic Electronic Conference OEC-06, Frankfurt am Main, 25.–27.09.2006

Publikationen

Publications

- G. Abbate, F. Vita, A. Marino, V. Tkachenko, S. Slussarenko, O. Sakhno, J. Stumpe: »New generation of holographic gratings based on polymer-LC composites: POLICRYPS and POLIPHEM« Mol. Cryst. Liq. Cryst. 453 (2006) 1-13
- S. Acerbis, D. Bertin, B. Boutevin, D. Gigmes, P. Lacroix-Desmazes, C. Le Mercier, J.-F. Lutz, S. R. A. Marque, D. Siri, P. Tordo: »Intramolecular hydrogen bonding: The case of beta-phosphorylated aminoxyl radical. Hydrogen bonding and electrostatic stabilizing interactions« Helv. Chim. Act. 89 (2006) 2119
- A. Bobrovsky, V. Shibaev, J. Stumpe: »Cholesteric polymer guest-host mixture with circularly polarized fluorescence: two ways for phototuning of fluorescence polarisation and its intensity« J. Phys. Chem. A. 110 (2006) 2331-2336
- C. Charton, N. Schiller, M. Fahland, A. Holländer, A. Wedel, K. Noller: »Development of high barrier films on flexible polymer substrates« Thin Solid Films 502 (1-2), (2006) 99-103
- N. Delorme, M. Dubois, S. Garnier, A. Laschewsky, R. Weinkamer, T. Zemb, A. Fery: »Surface immobilization and mechanical properties of catanionic hollow faceted polyhedrons« J. Phys. Chem. B 110 (2006) 1752
- H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus: »Cellulose meltblown nonwovens using the Lyocell process« Lenzing Berichte 86 (2006) 124-131
- H.-P. Fink, J. Ganster: »Novel thermoplastic composites from commodity polymers and man-made cellulose fibers« Macromol. Symp. 244 (2006) 107-118
- J. Ganster, H.-P. Fink, M. Pinnow: »High-tenacity man-made cellulose fibre reinforced thermoplastics – injection moulding compounds with polypropylene and alternative matrices« Composites Part A 37 (2006) 1796-1804
- J. Ganster, H.-P. Fink: »Novel cellulose fibre reinforced thermoplastic materials« Cellulose 13 (2006) 271-280
- S. Garnier, A. Laschewsky: »New amphiphilic diblock copolymers: surfactant properties and solubilization in their micelles« Langmuir 22 (2006) 4044
- S. Garnier, A. Laschewsky, J. Storsberg: »Polymeric surfactants: Novel agents with exceptional properties.« Tenside Surf. Det. 43 (2006) 88
- S. Garnier, A. Laschewsky: »Non-ionic amphiphilic block copolymers by RAFT polymerization, and their self-organization« Colloid Polym. Sci. 284 (2006) 1243
- R. Gimenez, L. Oriol, M. Pinol, J. L. Serrano, A. Vinuales, Th. Fischer, J. Stumpe: »Synthesis and properties of 2-phenylbenzoxazole-based luminophores for in-situ photopolymerisation in liquid-crystal films« Helvetica Chimica Acta 89 (2006) 304-319
- A. Gessner, B.-R. Paulke, R.-H. Müller, T. M. Göppert: »Protein rejecting properties of PEG-grafted nanoparticles: Influence of PEG-chain length and surface density evaluated by two-dimensional electrophoresis and biconinonic acid (BCA)-protein assay« Pharmazie 61 (2006) 293-297
- R. Gimenez, M. Pinol, J. L. Serrano, A. Vinuales, R. Rosenhauer, J. Stumpe: »Photo-induced anisotropic films based on liquid crystalline copolymers containing stilbene units« Polymer 47 (2006) 5707-5714
- E. Hamciuc, I. Sava, M. Bruma, T. Köpnick, B. Schulz, B. Sapich, J. Wagner, J. Stumpe: »New poly(amide-imide)s containing cinnamoyl and azobenzene groups« Polym. Adv. Technol. 17 (2006) 641-646
- E. Hempel, H. Budde, S. Höring, M. Beiner: »On the crystallization behavior of frustrated alkyl groups in poly (n-octadecylmethacrylate)« J. Non-Cryst. Solids 352 (2006) 5013-5020
- E. Hempel, H. Budde, S. Höring, M. Beiner: »Confined side chain crystallization in polymers containing octadecylmethacrylates« Macromol. Bioscience 6 (2006) F32-33
- K. Hettrich, S. Fischer, N. Schröder, J. Engelhardt, U. Drechsler, F. Loth: »Derivatization and characterization of xylan from oat spelts« Macromol. Symposia 232 (2006) 37
- H.-G. Hicke, Margot Becker, B.-R. Paulke, M. Ulbricht: »Covalently coupled nanoparticles in capillary pores as enzyme carrier and as turbulence promoter to facilitate enzymatic polymerizations in flow-through enzyme-membrane reactors« Journal of Membrane Science 282 (2006) 413-422
- A. Kohlmeier, D. Janietz: »Hydrogen-bonded polyphilic block mesogens with semiperfluorinated segments« Chem. Mater. 18 (2006) 59
- A. Kohlmeier, D. Janietz, S. Diele: »Mesomorphic block molecules: semiperfluorinated 1,3,5-triazine derivatives exhibiting lamellar, columnar and cubic mesophases« Chem. Mater. 18 (2006) 1483
- S. Janietz, D. Sainova: »Significant improvement of the processability of ladder-type polymers by using aqueous colloidal dispersions« Macromol. Rapid Commun. 27 (2006) 943-947
- S. Janietz, D. Sainova, U. Asawapirom: »Development of active functional polymers for p- and n-type OFET-applications« Proceedings TPE 06, Rudolstadt (2006) 63-67
- J. Kloeckner, S. Bruzzano, M. Ogris, E. Wagner: »Gene carriers based on hexanediol diacrylate linked oligoethylenimine: Effect of chemical structure of polymer on biological properties« Bioconjugate Chem. 17(5), (2006) 1339-1345
- S. Kudaibergenov, W. Jaeger, A. Laschewsky: »Polymeric betaines: synthesis, characterization and application« Adv. Polym. Sci 201 (2006) 157
- B. Lange, J. Wagner, R. Zentel: »Fabrication of robust high quality ORMOCER® inverse opals« Macromol. Rapid Commun. 27 (2006) 1746-1751
- A. Laschewsky, M. Mertoglu, S. Kubowicz, A. F. Thünemann: »Lamellar structured nanoparticles formed by complexes of a cationic block copolymer and perfluorodecanoic acid« Macromolecules 39 (2006) 9337
- A. Laschewsky, S. Garnier, J. Kristen, M. Mertoglu, K. Skrabania, J.-F. Lutz: »Comb-like polymeric surfactants by combining block and graft copolymer architectures« Polym. Mater. Sci. Eng. 94 (2006) 307
- J.-F. Lutz: »Solution self-assembly of tailor-made macromolecular building blocks prepared by controlled radical polymerization techniques« Polym. Int 55 (2006) 979-993
- 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 (2006) 6376
- J.-F. Lutz, A. Hoth: »Preparation of ideal PEG analogues with a tunable thermosensitivity by controlled radical copolymerization of 2-(2-methoxyethoxy)ethyl methacrylate and oligo(ethylene glycol) methacrylate« Macromolecules 39 (2006) 893
- J.-F. Lutz, Ö. Akdemir, A. Hoth: »New perspectives in PEGylation: Controlled radical polymerization of oligo(ethylene glycol) methacrylates« PMSE Preprints 95 (2006) 1052
- 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 (2006) 13046

- 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 (2006) 3132
- J.-F. Lutz, S. Pfeifer, M. Chanana, A. F. Thüne-mann, R. Bienert: »H-bonding directed self-assembly of synthetic copolymers containing nucleobases: Organization and colloidal fusion in a non-competitive solvent«
 Langmuir 22 (2006) 7411
- J.-F. Lutz, J. Kristen, K. Skrabania, A. Laschewsky: »Synthetic strategies for preparing multi-compartment micelles«
 Polym. Prepr. Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem. 47(2), (2006) 792
- S. Nešpurek, Y. Zakrevskyy, J. Stumpe, B. Sapich, A. Kadashchuk: »Alignment of liquid crystals on poly[methyl(phenyl)silylene] films treated with polarized UV light«
 Macromolecules 39 (2006) 690-696
- S. Nešpurek, C. Wang, D. Rais, J. Raskusan, M. Karaskova, Y. Zakrevskyy, J. Stumpe: »Polarized phthalocyanine electroluminescence diodes prepared on polysilane films treated with polarized UV light«
 Mol. Cryst. Liq. Cryst. 448 (2006) 603
- D. Qu, J. S. Pedersen, S. Garnier, A. Laschewsky, H. Möhwald, R. v. Klitzing: »Effect of polymer charge and geometrical confinement on ion distribution and the structuring in semi-dilute polyelectrolyte solutions: Comparison between AFM and SAXS«
 Macromolecules 39 (2006) 7364-7371
- D. Rais, S. Nešpurek, Y. Zakrevskyy, J. Stumpe, Z. Sedláková, M. Studenovský: »Photoorientation in azobenzene containing polybutadiene based polymer«
 J. Optoelect. and Adv. Mat. 7 (2006) 1371-1375
- E. Rauk, A. Kotzev, A. Laschewsky, C. P. Palmer: »Cationic and perfluorinated polymeric pseudo-stationary phases for electrokinetic chromatography«
 J. Chromatogr. A 1106 (2006) 29
- T. Röder, J. Moosbauer, M. Fasching, A. Bohn, H.-P. Fink, T. Baldinger, H. Sixta: »Crystallinity determination of native cellulose – Comparison of analytical methods«
 Lenzing Berichte 86 (2006) 85-89
- T. Röder, J. Moosbauer, M. Fasching, A. Bohn, H.-P. Fink, T. Baldinger, H. Sixta: »Crystallinity determination of man-made cellulose fibers – Comparison of analytical methods«
 Lenzing Berichte 86 (2006) 132-136
- Y. Roiter, W. Jaeger, S. Minko: »Conformation of single polyelectrolyte chains vs. salt concentration: Effect of sample history and solid substrate«
 Polymer 47 (2006) 2493-2498
- F. Rullens, P.Y. Vuillaume, A. Moussa, J.-L. Habib-Jiwan, A. Laschewsky: »Ordered polyelectrolyte multilayers. Hybrid films self-assembled from fluorescent and smectogenic poly(diallylammonium) salts and delaminated clay«
 Chem. Mater. 18 (2006) 3078
- F. Rullens, A. Laschewsky, M. Devillers: »Bulk and thin films of bismuth vanadates prepared from hybrid materials made from an organic polymer and inorganic salts«
 Chem. Mater. 18 (2006) 771
- B. Sapich, A. Vix, J. P. Rabe, J. Stumpe, G. Wilbert, R. Zentel: »Ordering and dewetting in spin-coated films of a liquid crystalline main chain polymer«
 Thin Solid Films 514 (2006) 165-173
- B. Sapich, J. Haferkorn, Th. Geue, A. Fritz, A. Schönhals, R. Date, A. Fawcett, J. Stumpe: »Anisotropic films of poly(olefin sulfone)s with cinnamoyl side groups prepared by self-organization and photoreactions«
 Liquid Crystals and their Application (2006) 3-4
- E. Schab-Balcerzak, B. Sapich, J. Stumpe, A. Sobolewska, A. Miniewicz: »Characterization and photoinduced properties of photochromic polymers. Polyesterimides with 4-amino 4'-nitro azobenzene moieties«
 e-Polymers 21 (2006) 1-17
- S. Schwarz, W. Jaeger, S. Bratskaya, J. Bohrisch, T. Schimmel, M. Mende, M. Oelmann, V. Boyko: »Formation of polyelectrolyte complexes in a polycarboxybetaine/weak polyanion system«
 Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 276 (2006) 65
- S. Schwarz, S. Bratskaya, W. Jaeger, B.-R. Paulke: »Effect of charge density, molecular weight, and hydrophobicity on polycations adsorption and flocculation of polystyrene latices and silica«
 J. Appl. Polym. Sci 101 (2006) 3422
- S. Schwarz, J. Nagel, A. Janke, W. Jaeger, S. Bratskaya: »Adsorption of polyelectrolytes with hydrophobic parts«
 Progr. Colloid Polym. Sci. 132 (2006) 102
- S. Schwarz, W. Jaeger, G. Petzold, S. Bratskaya, T. Heinze, T. Liebert, O. Krentz, W.-M. Kulicke, B.-R. Paulke: »Fest/Flüssig-Trennung mit synthetischen und natürlichen Polymeren«
 Chemie Ing. Techn. 78 (2006) 1093
- A. Seeboth, D. Löttsch, E. Potechius, R. Vetter: »Thermochromic effects of leuco dyes studied in polypropylene«
 Chinese Journal of Polymer Science 24 (2006) 363-368
- T. Sobisch, D. Lerche, S. Fischer, C. Fanter: »Characterization of porous bead cellulose by analytical centrifugation«
 Prog. Colloid Polym. Sci. 133 (2006) 169-172
- R. Stoesser, W. Herrmann, A. Zehl, V. Strehmel, A. Laschewsky: »ESR spin probes in ionic liquids«
 Chem. Phys. Chem 7 (2006) 1106
- R. Stoesser, W. Herrmann, A. Zehl, A. Laschewsky, V. Strehmel: »Microviscosity and micropolarity effects of imidazolium based ionic liquids investigated by spin probes their diffusion and spin exchange«
 Z. Phys. Chem. 220 (2006) 1309
- J. Storsberg: »Molekulare Verkapselung mit Cyclodextrinen«
 SÖFW-Internationales Journal für angewandte Wissenschaft 132 (3-2006) 40-48
- J. Storsberg, S. Garnier, M. Mertoglu, K. Skrabania, A. Laschewsky: »Polymer surfactants – Novel agents with exceptional properties«
 SÖFW-International Journal for Applied Science 132 (3-2006) 48
- J. Storsberg, E. Görnitz, A. Laschewsky, W. Müller-Lierheim: »Neue Hochleistungspolymere mit hohem Brechungsindex für ophthalmologische Implantate«
 Fortschritte der Ophthalmochirurgie, DOC (2006) 71
- V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Wetzel, E. Görnitz: »Free radical polymerization of n-butyl methacrylate in ionic liquids«
 Macromolecules 39 (2006) 932
- V. Strehmel, A. Laschewsky, H. Wetzel: »Homopolymerization of a highly polar zwitterionic methacrylate in ionic liquids and its copolymerization with a non-polar methacrylate«
 e-Polymers (http://www.e-polymers.org)011 (2006) 1
- V. Strehmel, A. Laschewsky, R. Stoesser, A. Zehl, W. Herrmann: »Mobility of spin probes in ionic liquids«
 J. Phys. Org. Chem. 19 (2006) 318
- A. F. Thünemann, D. Schütt, L. Kaufner, U. Pison, H. Möhwald: »Maghemite nanoparticles protectively coated with poly(ethylene imine) and poly(ethylene oxide)-block-poly(glutamic acid)«
 Langmuir 22 (2006) 2351-2357
- A. F. Thünemann, D. Schütt, R. Sachse, H. Schlaad, H. Möhwald: »Complexes of poly(ethylene oxide)-block-poly(L-glutamate) and diminazene«
 Langmuir 22 (2006) 2323-2328
- L. Wattebled, A. Laschewsky, A. Moussa, J.-L. Habib-Jiwan: »Aggregation numbers of cationic oligomeric surfactants: A time-resolved fluorescence quenching study«
 Langmuir 22 (2006) 2251
- L. Wattebled, C. Note, A. Laschewsky: »Structure-property relationships of gemini surfactants and synergism with hydrotropes«
 Proceedings 53. Sepawa Kongress mit European Detergents Conference, Würzburg (2006) 73-87

Patente

Patents

A. Wedel, S. Janietz, H. Krüger, M. Thesen, B. Fischer: »Influence of hole and electron transport material and device configuration on the properties of polymer based triplet emitter systems« Proceedings of the Organic Electronic Conference OEC-06, Frankfurt am Main (2006)

S. Weiss, N. Sieverling, M. Niclasen, C. Mauck-sch, A. F. Thünemann, H. Möhwald, D. Reinhardt, J. Rosenecker, C. Rudolph: »Uronic acids functionalized polyethyleneimine (PEG)-polyethylene glycol (PEG)-graft-copolymers as novel synthetic gene carriers« Biomaterials 27 (2006) 2302-2312

Y. Zakrevskyy, J. Stumpe, C. F. J. Faul: »Light-induced optical anisotropy in photosensitive ionic self-assembly complexes« Adv. Mat. 18 (2006) 2133

A. Zen, M. Saphiannikova, D. Neher, J. Grenzer, S. Grigorian, U. Scherf, S. Janietz, U. Pietsch, U. Asawapirom, I. Lieberwirth, G. Wegner: »Effect of molecular weight on the structure of poly(3-hexylthiophene)« Macromolecules 39 (2006) 2162-2171

Monographien

Monographs

J.-F. Lutz, R. Nehring, S. Pfeifer: »Novel organo-soluble or water-soluble copolymers containing DNA nucleobases, in controlled/living radical polymerization: from synthesis to materials« American Chemical Society, Washington D.C. 944 (2006) 185

J.-F. Lutz: »Designing polymer-based DNA carriers for non-viral gene delivery: Have we reached an upper performance limit?« Gene Therapy: Prospective Technology Assessment in its Societal Context, Elsevier, Amsterdam (2006) 57

F. Börner, G. Rafler: »Mikrokapseln, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Anwendung« DE 10 2005 002169

J. Bohrisch, M. Hahn, A. Mädler, M. Stoll: »Gelpartikel und Verfahren zu deren Herstellung« DE 10 2004 002206

J. Bohrisch, J. Storsberg, A. Zimmermann, S. Bruzzano: »Beschichtungsmaterialien auf Stärkebasis mit kontrollierbarem Auflösungsverhalten, deren Herstellung und Verwendung« AZ: 102006035659.4

R. Danz, A. Büchtemann, B. Elling: »Elektrisch aktive Pflaster, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Anwendung« DE 101 36 403

R. Danz, K.-H. Funken: »Verfahren und Vorrichtung zur Einbringung solarer Strahlungsenergie in einen Photoreaktor« DE 197 46 343

B. Elling, R. Danz: »Integriert optische Sensoren auf Polymerbasis« DE 195 46 229

H.-P. Fink, P. Weigel, H.-J. Purz, S. Beckers: »Cellulose film structure« US 7,037,096

M. Hahn, A. Lieske: »Method for producing powdery high-molecular weight water-soluble polymers for use in solid/liquid separating processes« WO 2006133850 A1

K. Hettrich, W. Vorweg, K. Woll, J. Dijksterhuis: »Hydrophobierung von Stärke und Stärkederivaten durch Reaktion mit Alkenylsäureanhydriden in wässrigen Salzlösungen« AZ: 10 2006 035 659.4

J. D. Hoß, M. Jobmann, G. Rafler: »Mikrokomposite und Verfahren zu deren Herstellung« DE 102 31 706

W. Jaeger, A. Laschewsky, S. Schwarz, K. Lunkwitz, G. Petzold: »Verfahren zur Abtrennung suspendierter Feststoffe« DE 10 2005 009809

W. Jaeger, M. Hahn, A. Holländer, J. Thome: »Wasserlösliche ionische Copolymere« DE 102 11 561

S. Janietz, A. Wedel, H. Krüger, M. Thesen: »Verfahren zur Herstellung modifizierter Polyvinylcarbazol-Matrixmaterialien für den Einsatz in organischen Leuchtdioden mit Phosphoreszenz-Emittern« AZ: 10 2006 004 435.5

J. Stumpe, L. Goldenberg, O. Kulikovska: »Film forming material and preparation of surface relief and optically anisotropic structures by irradiating a film of the said material« WO2006024500

J. Stumpe, L. Goldenberg, O. Kulikovska: »Photoactive film, its preparation and use, and preparation of surface relief and optically anisotropic structures by irradiating said film« WO2006061419

J. Lang, G. Rafler: »Thermisch stabile Mikropartikel für die Kunststoffadditivierung und Verfahren zu ihrer Herstellung« AZ: 10 2006 016 3079

H. Lieske, J. Deutsch, A. Lieske, A. Laschewsky: »Verfahren zur Durchführung von basisch katalysierten Reaktionen« De 10 2004 009 549 B4

R. Nastke, G. Rafler: »Aminoharz-Dispersionen, deren Verwendung und Verfahren zu ihrer Herstellung« DE 102 26 789.8-45

J. Storsberg, S. Bruzzano, A. Laschewsky, N. Sieverling, S. Eichhorn, S. Stapel: »Verfahren zur Herstellung von Papiererzeugnissen mit erhöhter relativer Nassreißfestigkeit und Weichheit, Verfahren zu dessen Herstellung sowie dessen Verwendung« DE 10 2004 038 132 B3; WO 2006015698 A1

J. Storsberg, A. Laschewsky, S. Eichhorn, S. Stapel: »Papiererzeugnis und Verfahren zu dessen Herstellung sowie dessen Verwendung« AZ: DE 10 2006 040 771.7

J. Thome, A. Holländer, W. Jaeger, M. Hahn, I. Trick: »Antimikrobiell modifiziertes Substrat, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung« DE 102 11 562

P. Weigel, H.-P. Fink, M. Doss, S. Beckers, R. Hendriks: »Schlauchfolien aus Cellulose-Protein-Blends« EP 14092224 B1

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 Gromelski
Barbara Buller, wiss+pa

Übersetzung

Christopher Thomlinson

Satz und Gestaltung

Stefan Deutschmann

Druck

Druckerei Rüss

Bildverzeichnis

Seite 3

Manuela Zydor

Seite 6/7, 9

Mit freundlicher Genehmigung von
Brenner und Partner

Seite 20, 58, 72 (oben), 88 (oben)

Alexander Krause

Seite 38, 72 (unten), 88 (unten)

Armin Okulla

Seite 84

André Laschewsky

Portraitfotos

Michael Kompe
Seiten 14, 27, 31, 37, 47, 57, 67, 81:
Manuela Zydor

Fotos, wenn nicht anders angegeben,
vom Fraunhofer IAP.

Imprint

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 staff

Dr. Sandra Gromelski
Barbara Buller, wiss+pa

Translation

Christopher Thomlinson

Layout

Stefan Deutschmann

Printing house

Druckerei Rüss

Figure index

page 3

Manuela Zydor

Page 6/7, 9

By courtesy of
Brenner & Partner

Page 20, 58, 72 (top), 88 (top)

Alexander Krause

Page 38, 72 (bottom), 88 (bottom)

Armin Okulla

Page 84

André Laschewsky

Portrait photos

Michael Kompe
Pages 14, 27, 31, 37, 47, 57, 67, 81:
Manuela Zydor

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